

Simultane Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung zur zerstörungsfreien Materialuntersuchung

Dissertation

zur Erlangung des Grades eines
Doktors der Naturwissenschaften
des Fachbereichs Chemie
der Universität Duisburg – Essen

von

Medžid Muhasilović

aus Sarajevo

Essen 2004

Die vorliegende Arbeit wurde am Institut für Anorganische Chemie des Fachbereichs Chemie der Universität Duisburg – Essen unter der Leitung von Prof. Dr. R. Boese angefertigt.

Der Tag der mündlichen Prüfung: 06.07.2004

Der Referent:	Prof. Dr. Roland Boese
Der Korreferent:	Prof. Dr. Axel Schönbacher
Der Prüfungsvorsitzende:	Prof. Dr. Reinhard Zellner

Danksagung

Ich möchte meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr. Roland Boese, Dank aussprechen für seine Bereitschaft dieses Projekt zu betreuen und für das Vertrauen und Freiheit im Sinne der Forschungsarbeit, die er gezeigt und mir gegeben hat. Seine Einstellung, die kompetenten Ratschläge und (nicht weniger) seine Menschlichkeit halfen mir während der gesamten Arbeit und brachten mir das Vertrauen in die Wissenschaft zurück.

Bei Herrn Prof. Dr. Axel Schönbucher bedanke mich für die Übernahme der zusätzlichen Gutachtertätigkeit.

Herrn Prof. Dr. Reinhard Zellner danke ich für Unterstützung in einem entscheidenden Moment, der sich zu diesem Ergebnis entwickelt hat.

Eine für mich wichtige Entscheidung haben Frau Annelise Hadersbeck von der Degussa-Stiftung, Frau Dr. Stefanie Kiefer von der Stiftung Stipendien des Fonds des Verbandes der Chemischen Industrie sowie Herr Dr. Claus von Menges und Herr Peter Wörner von der Ferrostaal AG (die M.A.N.-Stiftung vertretend) getroffen. Ihnen allen gilt mein besonderer Dank für das gezeigte Vertrauen und Verständnis.

Herrn Dr.-Ing. Werner Draeger, dem langjährigen Leiter der Forschungs- und Entwicklungsabteilung der Rheinisch-Westfälischen Isolatorenwerke, gilt mein Dank für die Übermittlung essentieller Literatur und bei dem Team der RWE-Wesel bedanke mich besonders für die zur Verfügung gestellten Hochspannungsisolatoren.

Herrn Dr. Jordi Benet-Buchholz und seinem Forschungsteam der Strukturanalytik aus dem wissenschaftlichen Hauptlaboratorium im berühmten Gebäude Q-18 der Bayer AG (des heutigen Bayer Industrial Services), insbesondere Herrn Dipl.-Phys. Christian Hippler und Herrn Thomas Felkel, bin ich verpflichtet für die Ausdauer während der experimentellen Phase dieser Arbeit und für die wertvollen Überlegungen, die ich mit ihnen teilen durfte.

Bei Herrn Dr.-Ing. Jens Stolpmann möchte ich mich bedanken für die Ausführung der Simulationen im Bereich der angewandten thermodynamischen Prozesse.

Der Frau Dr. Maria Tsoli bedanke ich mich für die umfangreiche Hilfe bei der englischen Verfassung von wissenschaftlichen Publikationen, die aus dieser Arbeit hervorgegangen sind. Frau Ute Gleba-Stahl, M. A. danke ich für die Lektorierung dieser Arbeit.

Den früheren und jetzigen „Boesen“ Mitarbeitern des Arbeitskreises möchte ich mich bedanken, die zu einem hervorragenden Arbeitsklima beigetragen haben.; insbesondere Herrn Dipl. - Chem. Carsten Schauerte und Herrn Dr. Michael Kirchner für die fachliche Hilfe; Herrn Dipl. – Chem. Thorsten Omlor für die Hilfe bei der Auswertung der Messergebnisse; Herrn Dipl. – Chem. Sven Haferkamp für die professionelle Hilfe und unterstützende freundliche Gespräche und letztendlich für die Hilfe bei der Verfassung dieser Arbeit.

Mama i Tata, ihr seid mit mir in dieser für uns drei seltsamen Zeit durch dick und dünn gegangen ohne euch dabei zu beschweren – auch in den Momenten, in denen ich eure Wünsche und Bedürfnisse ignoriert habe. Ihr habt mit mir meine Begeisterung geteilt. Ihr wart auch für mich da, als die Ungerechtigkeit alle Lichter am Horizont ausmachte. Ich glaube, dass der Renault-12, die Pizzeria „Storklja“, Luke Borica 14, Montatstage auf den Umschlägen, tunesische Wüstenrosen, babylonische Keilschriftfigürchen und die Uhr von Nizo nicht umsonst waren.

Habt vielen Dank, dass ihr mich so erzogen habt.

Dipl.-Ing. Medzid Muhasilovic

*Zahvalu ne treba samo izreći - zahvalu treba i učiniti,
zahvalu ne treba samo čuti - zahvalu treba i osjetiti*

*Einen Dank darf man nicht aussprechen – den Dank muss man tun,
einen Dank soll man nicht bloß hören – den Dank muss man fühlen*

Arsen Dedić, Dichter und Musiker aus dem früheren Jugoslawien

Inhaltverzeichnis

Abkürzungen, chemische Symbole, mathematische und physikalische Größen und physikalische Einheiten	IV
Abbildungen	XII
Vorwort	XIX
1. <i>Summary</i>	1
2. Grundlagen	3
2.1 Aktuelle Methoden zerstörungsfreier Materialuntersuchung	3
2.1.1 Akustische Verfahren	3
2.1.2 Magnetische und elektromagnetische Verfahren	5
2.1.3 Radiografische (Strahlungs-)Prüfungen	6
2.2 Röntgenstrahlung	7
2.2.1 Bedeutung von Röntgenbeugungsmustern	13
2.3 Induzierte Emission elektromagnetischer Strahlung	22
3. Simultane Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung zur zerstörungsfreien Untersuchung von hitzebeständigen und im festen Aggregatzustand befindlichen Materialien	29
3.1 Durchführung von Experimenten	33
3.1.1 Die Methode	33
3.1.2 Die apparatetechnische Versuchsausstattung	36
3.1.2.1 Das GADDS®	36
3.1.2.2 Das OHCD®	39
3.1.2.3. Das IDAXOH	41
3.1.3 Auswahl des Testmaterials und Präparierung der Proben	42
3.1.4 Strategie der Versuchsdurchführung	44

4. Resultate und Diskussion	46
4.1 Grundlagen zur Entwicklung der Methode	46
4.2 Kalibrierung der Methode	50
4.2.1 Bestimmung der optimalen Dauer der optischen Heizung.	
Prüfung der zerstörungsfreien Qualität der Methode	50
4.2.2 Ermittlung des optimalen Abstands zwischen dem Laser- und	
Röntgenstrahl auf der Objektoberfläche	62
4.3 Zerstörungsfreie Materialuntersuchung durch simultane	
Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung	73
4.3.1 Detektion einer unteroberflächlichen Kavität	75
4.3.2 Lokalisierung einer unteroberflächlichen Kavität	78
4.3.3 Detektion unteroberflächlicher Fissuren	79
4.3.4 Diskussion der Methode	80
5. Ausblick	82
6. Anhang	89
6.1 Die Auswertung	89
6.1.1 Bestätigung der zerstörungsfreien Qualität der neuen Methode	91
6.1.2 Unterschiedliche Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher	
Dauer der optischen Heizung	94
6.1.3 Unterschiedliche Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher	
Laserleistungen	98
6.1.4 Unterschiedliche Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher	
Distanz zwischen dem Laser- und dem Röntgenstrahl auf der	
Objektoberfläche	101
6.1.5 Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund	
unterschiedlicher Abstände ‚Erreger – Fühler‘ und	
unterschiedlicher Morphologie der untersuchten Proben	102
6.1.6 Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund	
unterschiedlicher Abstände ‚Erreger – Fühler‘ und	
unterschiedlicher Morphologie der untersuchten Proben	104
6.1.7 Messkonstellation <i>west – east</i> (Röntgenstrahl fokussiert	
oberhalb der Objektoberfläche)	106
6.1.8 Messkonstellation <i>north – south</i> (Röntgenstrahl fokussiert	
oberhalb der Objektoberfläche)	108

6.1.9 Messkonstellation <i>west – east</i> (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)	110
6.1.10 Messkonstellation <i>north – south</i> (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)	112
6.1.11 Verschiedene Messkonstellationen während der Versetzung der Brennpunkte des Laserstrahls zu dem Punkt, der durch die Beugungsmethode erfasst wurde	113
6.2 Elektromagnetische Wellen	121
6.2.1 Elektromagnetische Strahlung und Materie	125
7. Referenzen	138
8. <i>Curriculum Vitae</i>	151

Abkürzungen, mathematische und physikalische Größen und Einheiten

A – Ampère

A – Mit elektrischen oder magnetischen Feldlinien durchsetzte Fläche

a – Abstand der Atome in einem eindimensionalen Gitter

Abb. - Abbildung

AC – Eine Länge in der Ewaldkonstruktion

ACO – Ein Dreieck in der Ewaldkonstruktion

ACP – Ein Dreieck in der Ewaldkonstruktion

ADR – *Automatic Defect Recognition*

AFAM – *Atomic Force Acoustic Microscopy* (ein akustisches zerstörungsfreies Prüfverfahren)

$\alpha, \alpha_1, \alpha_2$ – Elektronenübergänge von der höheren auf die nächst nähere niedrige Schale

A/m – Ampère je Meter

A/m^2 – Ampère je Quadratmeter

\AA - Ångström

AP – Eine Länge in der Ewaldkonstruktion

aP – Triklines Bravais Gitter

APO – Ein Dreieck in der Ewaldkonstruktion

As – Ampère-Sekunde

A/Vm – Ampère je Volt-Meter

As/Vm – Ampère-Sekunde je Volt-Meter

AT – *Acoustic Emission Testing* (ein akustische zerstörungsfreies Prüfverfahren)

AXS – *Analysing X-ray Diffraction Software*

B – Magnetische Induktion

b – Atomabstände in dem zweidimensionalen Gitter

BC – Eine Länge aus der Bragg'schen Analyse der Beugung

β, β_1, β_2 – Elektronen-Quantenübergänge von der höheren auf die übernächste niedrige Schale

C – Coulomb

C – Ein Dreiecksgipfel in der Ewaldkonstruktion

c – Atomabstände in einem dreidimensionalen Gitter

c – Lichtgeschwindigkeit

cc – Das *cold-cold* Modus des Ausführens eines Versuches in der Arbeit

CD – Eine Länge aus der Bragg'schen Analyse der Beugung

CDE – Ein Dreieck aus der Bragg'schen Analyse der Beugung

ch – Das *cold-hot* Modus des Ausführens eines Versuches in der Arbeit

cF – Kubisches allseits-flächenzentriertes Bravais Gitter

cI – Kubisches innen-zentriertes Bravais Gitter

CO – Eine Länge in der Ewaldkonstruktion

\cos – Trigonometrische Funktion des *Cosinus*

CP – Eine Länge in der Ewaldkonstruktion

cP – Kubisches primitives Bravais Gitter

CPO – Ein Dreieck in der Ewaldkonstruktion

D – Diode

d – Abstände der Gitterebenen in einem Kristall

d – Materialdicke

dE – Infinitesimale elektrische Feldstärke

DPMA – Deutsche Patent- und Markenamt

ds – Infinitesimaler Teil einer Magnetfeldlinie

dt – Infinitesimale Zeit

E – Stärke des elektrischen Feldes

$E_{1,2,3}$ – Hypothetische diskrete Energiezustände eines Atoms

EC – Eine Länge aus der Bragg'schen Analyse der Beugung

E_C – Energie der Leitungsband eines Atoms

EBC – Ein Dreieck aus der Bragg'schen Analyse der Beugung

EDV – Elektronische Datenverarbeitung

E_G – Lückenenergie zwischen der Leitungs- und Valenzband eines Atoms

ϵ – Dielektrische Konstante

ϵ_0 – Dielektrische Konstante des Vakuums

ϵ_R – Relative dielektrische Konstante

η – Wirkungsquerschnitt der elektromagnetischen Strahlung

E_V – Energie der Valenzband eines Atoms

eV - Elektronvolt

F_{el} – Kraft im elektrischen Feld

Φ – Magnetische Fluss

Φ – Photonendichte

ϕ – Einer der Einstellungswinkel am Goniometer eines Diffraktometers

$\phi_{1,2}$ – Phasenverschiebung des Wechselströme und Wechselspannungen untereinander

γ – Elektrische Leitfähigkeit

GADDs – *General Area Diffraction Detection System* (Diffraktometer mit einem Flächendetektor zur Aufzeichnung von Röntgenbeugung)

GTO – *Gate Turn-Off Transistor*

H – Magnetische Feldstärke

h – Ganzzahlkoeffizient des Wellenlängenunterschieds in einem eindimensionalen Gitter

h – Planck'sche Konstante

\hbar – Eigendrehimpuls eines Elementarteilchens

χ – Einer der Einstellungswinkel am Goniometer eines Diffraktometers

HIC – *Hydrogen Induced Cracking* (Wasserstoff - induziertes Versagen in Stählen)

hP – Hexagonales primitives Bravais Gitter

hR – Rhomboedrisches exagonal-aufgestelltes primitives Bravais Gitter

HTXRD – *High Temperature X-ray Diffractometry* (Hochtemperaturdiffraktometrie)

Hz – Hertz

I – Zeitlich unveränderbarer elektrischer Strom

I – Intensität der elektromagnetischen Strahlung

I_A – Intensität der absorbierten Strahlung

I_E – Intensität der emittierten Strahlung

I_0 – Intensität der elektromagnetischen Strahlung in Vakuum

IDAXOH – *Inhomogenities Detection by Applying the X-ray-Diffraction and Optical Heating*

i_L – zeitlich wechselbarer elektrischer Strom in einem Leiter

IR – Infrarot

i_V – zeitlich wechselbarer elektrischer Verschiebungsstrom in einem Dielektrikum

J – Joule

J_s – Joule-Sekunde

K -Serie – Quantenübergang der Elektronen zu der K-Schale des Atoms

k – Ganzzahlkoeffizient des Wellenlängenunterschieds in einem zweidimensionalen Gitter

keV – Kilo-Elektron-Volt

kW – Kilowatt

l – Ganzzahlkoeffizient des Wellenlängenunterschieds in einem dreidimensionalen Gitter

L -Serie – Quantenübergang der Elektronen zu der L-Schale des Atoms

LASER – *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation*

λ – Wellenlänge

$\lambda_{K\alpha}$ – Wellenlänge der Photonen die beim a-Elektronen-Quantenübergang entstehen

$\lambda_{K\alpha'}$ – Wellenlänge der Photonen die beim a-Elektronen-Quantenübergang entstehen

$\lambda_{K\beta_1}$ – Wellenlänge der Photonen die beim α -Elektronen-Quantenübergang entstehen

LCD – Liquid Chrystal Display

M – Motor

mC – Monoklines C-zentriertes Bravais Gitter

MeV – Mega-Elektron-Volt

m_e – Ruhemasse des Elektrons

MHz – Megahertz

mm – Millimeter

μm – Mikrometer

m_0 – Ruhemasse des Elementarteilchens

mP – Monoklines primitives Bravais Gitter

MSC – „McNeal – Schwendler“ Software

$mv^2/2$ – Kinetische Energie eines Elektrons im photoelektrischen Prozess

μ – Magnetische Permäabilität

n – Hauptquantenzahl

$N_{1,2}$ – Anzahl der Windungen am Primär, bzw. am Sekundär eines Transformators

N_A – Anzahl der Übergänge vom stabilen zum angeregten Zustand eines Atoms

N_E – Anzahl der Übergänge vom angeregten zum stabilen Zustand eines Atoms

ν – Frequenz

NDT – *Non Destructive Testing* (zerstörungsfreie Prüfung)

Nm – Nanometer

O – Ein Dreieckgipfel in der Ewaldkonstruktion

oA – Orthorombisches A-zentriertes Bravais Gitter

oF – Orthorombisches allseits-flächenzentriertes Bravais Gitter

OHCD – *Optical Heating and Chrystallisation Device* (Vorrichtung zur optische Heizung und Kristallisation)

oI – Orthorombisches innen-zentriertes Bravais Gitter

ω – Einer der Einstellungswinkel am Goniometer eines Diffraktometers

ωt – Winkel während der Oszillation einer zeitlichveränderbaren Größe

OP – Eine Länge in der Ewaldkonstruktion

oP – Orthorombisches primitives Bravais Gitter

P – Ein Dreieckgipfel in der Ewaldkonstruktion

p – Impuls eines Elementarteilchens

π – Flachwinkeleinheit

PSMA – Phasen-Sensitives-Magnetfeld-Analyse-Verfahren

Q – elektrische Ladung

q_e – Elementare elektrische Ladungsmenge

R – elektrischer Widerstand

S – Stromflussdichte

S – Vektor des abgebeugten Wellenfront

S_L – Stromflussdichte im elektrischen Leiter

S_0 – Vektor des einfallenden Wellenfront

Σ – Austrittsarbeit eines Elektrons im photoelektrischen Prozess

Σ_0 – Minimalbenötigte Austrittsarbeit eines Elektrons im photoelektrischen Prozess

\sin – Mathematische trigonometrische Funktion des *Sinus*

S_V – Flussdichte des elektrischen Verschiebungsstromes im Dielektrikum

T – Periode

T – Tesla

T – Transistor

t – Tonne

t – Zeit

t_A – Anfangszeit

t_E – Endezeit

θ – Einer der Einstellungswinkel am Goniometer eines Diffraktometers (Beugungswinkel konstruktiver Interferenz)

tI – Tetragonales innen-zentriertes Bravais Gitter

THz – Terahertz

TOFD – *Time of Flight Diffraction* (ein zerstörungsfreies Ultraschallprüfverfahren)

tP – Tetragonales primitives Bravais Gitter

U – Anoden(Gleich-)Spannung in einer Röntgenröhre

U – Eine der Phasen des Drehstromsystems

U_2 – Gleichgerichtete Spannung am Sekundär eines Transformators

$u_{1,2,3,3,1}$ – Spannungsabfälle zwischen den Phasen eines Drehstromsystems

u_1 – Zeitlich veränderbare Spannung (am Primär eines Transformators)

u_2 – Induzierte Spannung (in einer Leiterschleife)

U_B – Batteriespannung

U_{d0} – Gleichgerichtete Spannung

US – Ultraschall

UV – Ultraviolett

V – Eine der Phasen des Drehstromsystems

v – Geschwindigkeit

v_{\max} – Maximale Geschwindigkeit

V – Volt

V_0 – Grenzspannung im photoelektrischen Effekt

V/m – Volt je Meter

Vs – Volt-Sekunde

Vs/m^2 – Volt-Sekunde je Quadratmeter

W – Eine der Phasen des Drehstromsystems

W – Watt

Q – Elektrische Ladung

X – Koordinate in horizontaler Richtung

X -ray – Röntgenstrahlen

XRD – *X-ray diffractometry*

X -Strahlen – Röntgenstrahlen

Y – Koordinate in vertikaler Richtung

Abbildungen

Abbildung 2.2 – 1

Beugung der (elektromagnetischen oder) Röntgenstrahlung um ein Kristallgitter

Abbildung 2.2 – 2

Moderne Röntgenröhre des Typs *sealed tube* für den Einsatz in Diffraktometern

Abbildung 2.2 – 3

Prinzipielles Schema der Quantenübergänge (zu den niedrigeren Hauptschalen) nach einer Ionisation

Abbildung 2.2 – 4

Verschiedene Wellenlängen der Röntgenphotonen in Abhängigkeit vom Anodenmaterial

Abbildung 2.2 – 5

Charakteristische Strahlung der Anodenionen nach der Abbremsung der Elektronen

Abbildung 2.2 – 6

Kollimatorlabyrinth

Abbildung 2.2 – 7

Röntgenröhre mit Drehanode

Abbildung 2.2.1 – 1

Ewaldkonstruktion

Abbildung 2.2.1 – 2

Das reziproke Gitter

Abbildung 2.2.1 – 3

Ewaldkugel

Abbildung 2.2.1 – 4

Die toroidale Bewegungszone der Ewaldkugel

Abbildung 2.2.1 – 5

Laue-Kegel in der Ewaldkugel

Abbildung 2.2.1 – 6

Aufgezeichnete Röntgenbeugungsmuster (Röntgenbeugungsreflexe) auf einer Fotoplatte

Abbildung 2.2.1 – 7

Wellenfronten der einfallenden und der abgebeugten, konstruktiv interferierenden Röntgen-(elektromagnetischen) Welle

Abbildung 2.2.1 – 8

Hohlrotationskörper, beschrieben durch den Vektor abgebeugter Wellenfront (Laue-Kegel)

Abbildung 2.2.1 – 9

Bravais-Gitter

Abbildung 2.3 – 1

Schema des Quantensprungs eines Elektrons, nachdem das Photon $h\nu$ absorbiert wurde

Abbildung 2.3 – 2

Emission eines Photons $h\nu$, nachdem das Elektron den Urquantenzustand erreicht hat

Abbildung 2.3 – 3

Intensität der induzierten elektromagnetischen Strahlung

Abbildung 2.3 – 4

Quantenenergieniveaus in den dielektrischen Stoffen

Abbildung 2.3 – 5

Funktionsprinzip eines Superstrahlers

Abbildung 2.3 – 6

Funktionsprinzip eines gewöhnlichen Lasers

Abbildung 2.3 – 7

Quantenenergieniveaus eines CO₂-Lasers

Abbildung 3 – 1

Die simultane Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung zur zerstörungsfreien Inspektion von hitzebeständigen und im festen Aggregatzustand befindlichen Materialien

Abbildung 3.1.1 – 1

Die Methode der simultanen Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung zur zerstörungsfreien Inspektion von hitzebeständigen und im festen Aggregatzustand befindlichen Materialien

Abbildung 3.1.2.1 – 1

Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Flächendetektor des GADDS®

Abbildung 3.1.2.1 – 2

Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Flächendetektor von GADDS® - vordere Seite

Abbildung 3.1.2.1 – 3

Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Röntgenröhre des GADDS®

Abbildung 3.1.2.1 – 4

Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Kollimator und Kollimatorlabyrinth

Abbildung 3.1.2.1 – 5

Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Objektträger und Positionsmotor

Abbildung 3.1.2.1 – 6

Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Messkonstellation

Abbildung 3.1.2.1 – 7

Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Monitoringsystem des GADDS®

Abbildung 3.1.2.2 – 1
Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Das OHCD®

Abbildung 3.1.2.2 – 2
Apparatetechnischer Versuchsaufbau: Optische Bank des OHCD®

Abbildung 3.1.2.3 – 1
Apparatetechnischer Versuchsaufbau: *Inhomogenities Detection by Applying the X-Ray-Diffraction and Optical Heating* (IDAXOH) – die Versuchsstätte

Abbildung 3.1.3 – 1
Schema des Gedankenexperiments zur Auswahl der Testmaterialien für die Entwicklung neuer Materialprüfung

Abbildung 3.1.3 – 2
Präparierte Versuchsprobe aus einem keramischen Hochspannungsisolator

Abbildung 3.1.4 – 1
Flussdiagramm der neuen zerstörungsfreien Fehlerdetektionsmethode

Abbildung 4.1 – 1
Aufgezeichnetes, konstruktiv interferierendes Röntgenbeugungsmuster einer Versuchsprobe

Abbildung 4.1 – 2
Molekulare Struktur von 3:2 Mullit

Abbildung 4.1 – 3
Phasendiagramm von 3:2 Mullit

Abbildung 4.1 – 4
Vergleichsdiffraktogramm – Registrierte Beugung nach einer optischen Heizung

Abbildung 4.2.1 – 1
Experimentserie 1, das Flussdiagramm

Abbildung 4.2.1 – 2
Wärmebedingte Strukturänderung der Probenoberfläche in Abhängigkeit von der Dauer der optischen Heizung

Abbildung 4.2.1 – 3
Unterschied der aufgezeichneten Röntgenbeugungsmuster der Probe unter normalen Bedingungen und während maximaler Dauer (120s) der optischen Heizung

Abbildung 4.2.1 – 4
Diffraktogramme einer Probe, aufgenommen unter der normalen Bedingungen, während einer optischen Heizung und anschließend wieder (nach der Abkühlung) unter normalen Bedingungen

Abbildung 4.2.1 – 5
Skizze der Röntgenbeugung um die Oberfläche des in den Versuchen verwendeten Materials

Abbildung 4.2.1 – 6

Skizze der Beugung eines kollimierten, aber unfokussierten Röntgenstrahls

Abbildung 4.2.1 – 7

Skizze der Beugung eines kollimierten, aber vor dem Erreichen der Probenoberfläche bereits fokussierten Röntgenstrahls

Abbildung 4.2.1 – 8: Ein ideal parallelisiertes Röntgenstrahlbündel an der Materialoberfläche

Abbildung 4.2.1 – 9: Eine 5:1 Skizze der Aufwölbung; die rötliche Teile des Materials entstanden durch die optische Heizung und einen durchschnittlichen Ausdehnungskoeffizienten von $1\mu\text{m/K}$

Abbildung 4.2.1 – 10

Skizze der Beugung eines fokussierten Röntgenstrahls um eine durch die Erhitzung verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.1 – 11

Skizze der Beugung eines kollimierten, aber vor dem Erreichen der Probenoberfläche bereits fokussierten Röntgenstrahls um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.1 – 12: Beugung eines parallelisierten Strahlbündels an einer gewölbten Oberfläche

Abbildung 4.2.1 – 13

Skizze der Beugung eines kollimierten, aber unfokussierten Röntgenstrahls um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.1 – 14

Aufgezeichnete Beugungsmuster derselben Stelle der Probenoberfläche, erfasst durch die Röntgendiffraktionsmethode – einmal unter den Raumbedingungen und einmal während der optischen Heizung

Abbildung 4.2.1 – 15

Experimenteller Aufbau: Stellung des Kollimators vor der Versuchsprobe

Abbildung 4.2.2 – 1

Experimentserie 2: Das Flussdiagramm

Abbildung 4.2.2 – 2

Ausmaß der wärmebedingten Strukturänderungen an der Objektoberfläche: Erstmaliger Vergleich der Röntgendiffraktionsmuster von der Laserbrennstelle.
Anschließend Röntgenbeugungsmuster der Stelle, die 2,5 mm von dem Laserbrennfleck entfernt wurde.

Abbildung 4.2.2 – 3

Ausmaß der wärmebedingten Strukturänderungen an der Objektoberfläche: Erstmaliger Vergleich der Röntgendiffraktionsmuster von der Laserbrennstelle.
Anschließend Röntgenbeugungsmuster der Stelle, die 5 mm von dem Laserbrennfleck entfernt wurde

Abbildung 4.2.2 – 4
Skizze verschiedener Messkonstellationen

Abbildung 4.2.2 – 5
Diffraktogramme der *West-East*-Aufnahmen

Abbildung 4.2.2 – 6
Diffraktogramme der *North-South*-Aufnahmen

Abbildung 4.2.2 – 7
Skizze der Beugung eines kollimierten, aber unfokussierten Röntgenstrahls in „westlicher Position“ um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.2 – 8
Skizze der Beugung eines kollimierten, aber unfokussierten Röntgenstrahls in „östlicher Position“ um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.2 – 9
Skizze der Beugung eines kollimierten, aber vor dem Erreichen der Probenoberfläche bereits fokussierten Röntgenstrahls „in westlicher Position“ um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.2 – 10
Skizze der Beugung eines kollimierten, aber vor dem Erreichen der Probenoberfläche bereits fokussierten Röntgenstrahls „in östlicher Position“ um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.2 – 11
Skizze der Beugung eines fokussierten Röntgenstrahls „in westlicher Position“ um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.2 – 12
Skizze der Beugung eines fokussierten Röntgenstrahls „in östlicher Position“ um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.2 – 13: Skizze der Beugung eines ideal parallelisierten Röntgenstrahlbündels in „westlicher Position“ um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche.

Abbildungen 4.2.2 –14: Skizze der Beugung eines ideal parallelisierten Röntgenstrahlbündels in „östlicher Position“ um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche.

Abbildung 4.3 – 1
Experimentserie 3: Das Flussdiagramm

Abbildung 4.3 – 2
Nahaufnahme einer *North-South*-Messkonstellation. Der Abstand zwischen dem Laserstrahl und kollimierten Röntgenstrahlbündel betrug 2,5mm

Abbildung 4.3 – 3
Rechnerunterstützte Simulation der Wärmeausbreitung in einer intakten und in einer präparierten keramischen Probe, bei der eine Kavität künstlich herbeigeführt wurde

Abbildung 4.3.1 – 1
Resultate einer Detektion der longitudinalen unteroberflächlichen Kavität

Abbildung 4.3.1 – 2
Resultate einer Detektion der lateralen unteroberflächlichen Kavität

Abbildung 4.3.1 – 3
Resultate einer Detektion der transversalen unteroberflächlichen Kavität

Abbildung 4.3.2 – 1
Resultate einer Lokalisierung der transversalen unteroberflächlichen Kavität

Abbildung 4.3.3 – 1
Resultate einer Detektion der transversalen Fissuren

Abbildung 5 – 1
Foto der „Comet“ von De Haviland

Abbildung 5 – 2
Foto einer Unfallstelle der „Comet“

Abbildung 5 – 3
1:1-Simulation der Bedingungen während eines gewöhnlichen Fluges der „Comet“

Abbildung 5 – 4
Ergebnisse der 1:1-Simulation

Abbildung 5 – 5
Crashtest eines neu entwickelten Geländewagens

Abbildung 6.1 – 1
Varianz in der Quantität der Messdaten

Abbildungen 6.1.1
Diffraktogramme einer Probe, aufgenommen unter normalen Bedingungen, während einer optischen Heizung und anschließend wieder (nach der Abkühlung) unter normalen Bedingungen

Abbildung 6.1.2
Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Dauer optischer Heizung

Abbildung 6.1.3
Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Laserleistung

Abbildung 6.1.4
Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Distanz zwischen dem Laser- und Röntgenstrahl auf der Objektoberfläche

Abbildung 6.1.5
Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Abstände ‚Erreger‘ – ‚Fühler‘ und unterschiedlicher Morphologie der untersuchten Proben

Abbildung 6.1.6

Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Abstände ‚Erreger‘ – ‚Fühler‘ und unterschiedlicher Morphologie der untersuchten Proben

Abbildung 6.1.7

Messkonstellation *West – East* (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)

Abbildung 6.1.8

Messkonstellation *North – South* (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)

Abbildung 6.1.9

Messkonstellation *East – West* (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)

Abbildung 6.1.10

Messkonstellation *North – South* (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)

Abbildung 6.1.11

Verschiedene Messkonstellationen während der Versetzung der Brennpunkten des Laserstrahls zu dem Punkt, der durch die Beugungsmethode erfasst wurde

Abbildung 6.2 – 1

Skizze der Beugung elektromagnetischer Wellen

Abbildung 6.2.1 – 1

Das elektromagnetische Spektrum

Abbildung 6.2.1 – 2

Skizze des Experiments des photoelektrischen Effekts von Herz

Abbildung 6.2.1 – 3

Skizze des Experiments des photoelektrischen Effekts von Einstein

Abbildung 6.2.1 – 4

Diagramm zur gegenseitigen Beeinflussung von charakteristischen Größen in einem photoelektrischen Effekt

Abbildung 6.2.1 – 5

Die Diffraction elektromagnetischer Wellen um ein materielles Gitter

Abbildung 6.2.1 – 6

Die konstruktive Interferenz abgebeugter Strahlen

Abbildung 6.2.1 – 7

Die Beugung von Röntgenphotonen um ein Kristallgitter (Ni)

Abbildung 6.2.1 – 8

Die Beugung des (für Menschen) sichtbaren Lichts um ein optisches zweidimensionales Gitter

Vorwort

Diese Arbeit sowie die Erklärung und Verteidigung von Ergebnissen und die Erzielung der Schlüsse sind im Rahmen eines naturwissenschaftlichen Forschungsvorhabens durchgeführt worden. Üblich für eine wissenschaftliche Untersuchung im Bereich der Grundlagenforschung ist es, ein erwartetes Phänomen bei verschiedenen Substanzen und/oder Systemen und/oder bei deren Wechselwirkung mit den für die konkrete Forschung wichtigen Energieformen zu betrachten. So ist auch in der ersten experimentalen Phase dieser Arbeit eine solche Abwicklung zu beobachten.

Die Aufgabenstellung war, herauszufinden, ob die Kombination zweier bereits etablierter zerstörungsfreier Untersuchungs- und Anregungsmechanismen zu einer neuen zerstörungsfreien Detektionsmethode von Materialinhomogenitäten führen kann. Demzufolge ähnelt die Arbeit in der Abschlussphase, als die Vor- und Nachteile der neuen Materialprüfungsmethode herausgearbeitet wurden, einer ingenieurwissenschaftlichen Forschung. Dies manifestiert sich nicht nur in dem Bemühen, natürliche Vorkommnisse zu erklären, sondern darüber hinaus befasst sich die Arbeit mit der direkten Anwendung erfolgreich gewonnener Resultate, mit zielstrebigem Optimierung von Gerät-Arbeitsbereichen und der Verfeinerung der verwendeten Untersuchungstechnik, was sich unter anderem dadurch bemerkbar macht, dass nur eine Substanz (Mullit-Christoballit-Glasphase-Mischkeramik) als Untersuchungsobjekt verwendet worden ist, die in den Experimenten die gewünschten Effekte zeigte.

Die in dieser Arbeit dargestellte neue nicht-invasive Werkstoffinspektion macht Gebrauch von einem der präzisesten zerstörungsfreien Verfahren in der wissenschaftlichen Analytik zur Untersuchung der im festen Aggregatzustand befindlichen Materie, die eine bestimmte innere Fernordnung besitzt, nämlich von der Röntgenbeugung. Die Aussagekraft der Röntgenbeugung wird durch die Geometrie des zu untersuchenden Objekts begrenzt, weil die Eindringtiefe, abhängig von der Materieart des Werkstücks, für einen kollimierten Röntgenstrahl lediglich einige Zehntel Millimeter beträgt. Somit bliebe die Information über den Zustand in der Tiefe dieses Werkstücks aus, würde nicht erfindungsgemäß [1] mit dem gezielten berührungsfreien Einsatz einer Anregungsenergie diese physikalische Begrenzung von Röntgenbeugung ‚überbrückt‘. Simultan zur Anwendung der kollimierten Röntgenstrahlen wird ein infraroter Laserstrahl auf die Prüflingsoberfläche geschickt, wo diese elektromagnetischen Wellen [2], einmal absorbiert [3], in die Wärme im Material selbst

übergehen. Die regelmäßige oder unregelmäßige Wärmeausbreitung in der Werkstückmatrix macht sich durch die unterschiedliche Materialausdehnung auf der Oberfläche bemerkbar, auf der die Röntgenbeugung betrieben wird. Die charakteristische Ausbildung von Diffraktionsmustern der Oberflächenstruktur deutet schließlich auf die eventuelle Existenz möglicher Verunreinigungen in der Materialmatrix hin, die auf die Wärmeleitung einen Einfluss ausüben. Diese Überlegung und ihr anschließender experimenteller Nachweis resultierten in einer entsprechenden Patentanmeldung [1].

In dieser Arbeit wird die Realisierbarkeit dieser Idee untermauert und die Entwicklung einer neuen zerstörungsfreien Methode zur Materialuntersuchung aufgezeigt.

Lieber Sven, ich glaube, dass der Brief an die Ausländerbehörde nicht umsonst war...

Dein Dzido

1. Summary

Investigating the structure of a material cannot be accomplished without distorting it in some way. This is to some minor extent the case, if a material is observed by using electromagnetic waves. An examination method is considered as non-destructive, if the excited matter of the sample under inspection returns in its original state after being examined. X-ray diffractometry is capable of sensing structural perturbations at the surface of an object being inspected. Data collected by an X-ray diffraction can indicate subtle heat caused differences (at the material's surface) due to the vibration of atoms and smearing of their electron clouds, at which the diffraction of the X-rays principally occur. This elevates the X-ray diffractometry to a superior position among other investigation methods.

Depending on the absorbance ratio of the material, X-rays can normally penetrate for a few tenths of millimetre into the material matrix. Therefore a plausible consequence of such an investigation would be the shortcoming information regarding the interior condition of the object of interest. The physical limitation of an X-ray collimated beam is overcome due to the external heat-supply. The method for NDT presented here comprises of a two sections. The material excitation section is an infrared-laser beam. The sensing section for observing the material's structure alternating phenomena contains an X-ray source and X-ray beam diffraction detector. Optical heating excitation section as well as collimated X-rays will be simultaneously applied to the surface of the sample. The excitation infrared beam can be directed next to the X-ray beam (at the object's surface), where, when it is absorbed, it provokes a local temperature modulation. Local thermal diversity is characterised through homogeneous temperature field on the surface as well as in the interior of the object of interest. In opposite, any impurities on the object's surface or within its matrix, influence the heat propagation and are registered as a different diffraction pattern by an area detector which in turn provides information about the condition of material being inspected.

The equipment used in this non-destructive testing (NDT) of surface and sub-surface areas of a heat-resistant material combines the OHCD (Optical Heating and Crystallisation Device) as optical heating a source of an infra-red laser-light and a powder diffractometer, specifically the GADDs (General Area Diffraction Detection System). These parts of experimental site are used to excite the material, to produce a local temperature gradient as well as to observe the heat-caused changes, respectively.

This approach to non-destructive examining of materials' structure by simultaneous application of the X-ray diffractometry and the optical heating has been proven successfully. Roughly 500 experiments were performed under various conditions with different materials, varying the laser-intensities, the distances and the exposure-duration demonstrating that the applied instrumentation is reliable and giving reproducible results.

There are however certain limitations for the NDT presented here: samples that are to be examined, must consist of an infrared-light absorbing, heat-resistant material, which possesses certain heat conductivity. The sample under investigation must provide discrete X-ray diffraction pattern. Further, the X-ray diffractometry must be perceptible for heat-caused structural changes in the chosen material.

Besides these pre-experimental boundary conditions, during the experiment itself turn up some supplementary limitation which, if not applied, would lead to false interpretations. The whole method is relatively slow, restricted by a sensing and read-out time of an area diffraction detector. The further boundary condition is based on a new phenomenon in the field of the research of high-temperature X-ray diffractometry (HTXRD). This restricts the free choice of the position of the IR-laser beam and X-ray beam relatively to each other. Nevertheless impurities, dislocations, gas bubbles as well as other perturbations within the material bulk, which are invisible at the surface of the object, can be detected with the method presented here. Comparing to other established methods for non destructive examining, based on eddy current, ultra-sound or thermo-optics and relying on one of the precise exploring technique in scientific analytics, this method offers a good alternative for non-invasive detection of inhomogenities.

2. Grundlagen

2.1 Aktuelle Methoden zerstörungsfreier Materialuntersuchung

Die aktuellen Methoden der zerstörungsfreien und nicht-invasiven Prüftechniken, die heute [4-6] praktiziert werden, können unterteilt werden in akustische Verfahren, magnetische Methoden sowie elektromagnetische Verfahren und radiografische (oder Strahlungs-) Prüfungen.

2.1.1 Akustische Verfahren

Die Schallemissionsprüfung [7] als ein akustisches Verfahren (AT – Acoustic Emission Testing) ist eine leistungsstarke und vielseitig verwendbare Methode zur zerstörungsfreien Prüfung von im statischen Arbeitsregime befindlichen Geräte wie Reaktoren, Druckkesseln oder speziellen Gebäuden und Bauobjekten wie Flusstalsperren. Das AT basiert auf dem Aufzeichnen und Auswerten von Schallemissionsereignissen, die dann entstehen, wenn sich ein Strukturschaden gerade ausgebildet hat. Dabei entsteht ein Geräusch, das aufgezeichnet wird; die weitere Evaluation eines solchen Signals erfolgt durch EDV. Diese Methode ist ein Echtzeitverfahren und keine invasive Vorgehensweise, obwohl sie auf den aufgezeichneten Signalen basiert, die durch irreversible Schäden, die ohnehin während der Apparatebeanspruchung entstehen, hervorgerufen werden. So entstandene Aufzeichnungen beruhen nicht auf beliebig reproduzierbaren Vorgängen im Material und sind damit einzigartig. Hieraus ist zu schließen, dass das AT eine relativ lange Messzeit, sogar Messperiode haben kann (falls es sich um große Bauobjekte handelt).

Im Gegensatz zu einer Schallemissionsprüfung kann die Durchführung einer zerstörungsfreien Untersuchung mittels Ultraschall nicht ohne Hilfsenergie durchgeführt werden. Nach einer akustischen Anregung werden die Streu- und Diffusionsvorgänge eine Ultraschallausbreitung in Werkstoffen (mit eventuellen mikroskopischen Inhomogenitäten) charakterisieren [8]. Generell verursacht die Streuung von Ultraschall an den Korn- und Phasengrenzen in polykristallinen, mehrphasigen und/oder porösen Werkstoffen eine Schwächung der Schallwellen in Laufrichtung sowie dispersive Schallgeschwindigkeiten. Sowohl solche Effekte als auch die Amplituden der Streuwellen werden zur Materialcharakterisierung ausgenutzt. Die Zusammenhänge zwischen den Ultraschallausbreitungsparametern und den Materialkenngrößen manifestieren sich durch die Schwächungskoeffizienten und Rückstreuamplituden als eine Verminderung von gemessener Ultraschallgeschwindigkeit und eignen sich somit für eine Detektion von Materialinhomogenitäten.

Die Ultraschalltechnik kann auch anderweitig eingesetzt werden [9], wo eine Ultraschalllaufzeit durch die Matrix der Prüflinge gemessen wird. Hierbei erfolgt ein Ultraschallimpuls nicht aus einem Emitter, sondern wird durch das kurze Lasern der Objektoberfläche erzielt. Die Phänomene, die die Ausbreitung von Ultraschall in einem Material kennzeichnen, werden auch mit anderen (z. B. mechanischen) Hilfsverfahren kombiniert [10]. So sollen durch Wechselwirkungen konstante Charakteristika und Inhomogenitäten im Material durch deutliche Inspektionsdaten erkennbar werden.

Einen interessanten Ansatz bietet die Ultraschall-Kraftmikroskopie (AFAM, „Atomic Force Acoustic Microscopy“) [11]. Die AFAM eignet sich für die zerstörungsfreie Untersuchung, bei der Erkenntnisse über Elastizität in kleinsten Dimensionen erzielt werden sollen. Dabei werden über die Blattfeder des Kraftmikroskops Ultraschallwellen einer Frequenzbandbreite von 10 kHz bis 1 MHz auf die Probe übertragen. Über den Kontaktsensor, dessen Spitze mittels statischer Auflagekraft auf die Probenoberfläche aufgesetzt wurde, werden nach der Analyse der Schwingungsdaten die Steifigkeitsbilder in einem nanometrischen Maßstab gewonnen. Dadurch ist es möglich, quantitativ lokale elastische Konstanten der Oberfläche zu erhalten.

Das TOFD [12] (Time-of-Flight Diffraction) [13, 14] ist eine weitere Methode, basierend auf künstlich generierter Ultraschallemission. Dabei wird aber nicht, wie es sonst bei einer Ultraschallprüfung der Fall ist, die geometrische Reflexion der Schallwellen von den Oberflächen einer Inhomogenität im Material verfolgt, sondern die Diffraktion von Ultraschallwellen um die Kanten der Defekte in der Materialmatrix und die Folgen dieses Phänomens. Dadurch ist es möglich, Schäden auf ihre Größe und ihre Lage im Werkstück zu untersuchen.

Akustische Methoden für Materialprüfung haben trotz der physikalischen Begrenzungen, die jede Prüftechnik in gewissem Maße erfährt, einen großtechnischen Einsatz gefunden [15-17] und weisen dabei einen hohen Grad an Verlässlichkeit [18, 19] auf. Daneben dienen akustische Verfahren als Ansatz zur Realisierung neuartiger zerstörungsfreier Prüftechniken [20-33].

2.1.2 Magnetische und elektromagnetische Verfahren

Hier handelt es sich um die Verfahren, bei denen die Ergebnisse über zerstörungsfreie Prüfungen durch die Einwirkung von zeitweise fluktuierenden magnetischen und elektrischen Feldern auf das untersuchte Material erfolgen.

Der Ausbau von Wirbelströmen als ein unerwünschtes Ereignis in der Transformatortechnik ist Basis der Funktionsweise der Wirbelstromprüfung, wobei die gegenseitige Beeinflussung von zeitlich wechselbaren elektrischen und magnetischen Feldern ausgenutzt wird (Kapitel 6.2.1). Mit Hilfe einer mit Wechselstrom betriebenen Sendespule wird im elektrisch leitfähigen Material ein Wirbelstrom induziert (Kapitel 6.2.1) [34], dessen Stärke und Verteilung von der elektrischen Leitfähigkeit und der Permeabilität abhängig ist. Das Magnetfeld, das dabei im untersuchten Material erzeugt wird, ist nach der Lenz'schen Regel dem Magnetfeld der Spule entgegengesetzt. Die Überlagerung von Magnetfeldern wird anschließend mit der Empfängerspule überwacht. Die Empfindlichkeit dieser Methode ist abhängig von der Höhe der Wechselspannung, an die die Wicklung der Sendespule angeschlossen ist, sowie von der Frequenz des Wechselstromes. Jede Änderung der magnetischen und/oder elektrischen Leitfähigkeit (Kapitel 6.2.1) bedeutet dann, dass eine Inhomogenität im untersuchten Material besteht.

Das Wirbelstromverfahren erlaubt eine hohe Untersuchungsgeschwindigkeit [35] und ist somit in einer schnellen Produktionsstätte (Produktionsstraße) [36] einsetzbar, wodurch sich die relativ hohen Investitionskosten dieser Methode schnell rentieren [37, 38].

Die Besonderheiten, die die Wechselstromtechnik beinhaltet, sind Ausgangspunkte für die Überlegungen zum Einsatz in weiteren, neu entwickelten Prüftechniken [39–42] oder geben Raum zur simultanen Benutzung anderer zerstörungsfreier Überwachungsverfahren [34, 43]. Zudem verbessern sich die Darstellungstechniken der aus elektrischen und magnetischen Prüfverfahren gewonnenen Daten immer weiter [44].

Magnetische und elektrische Eigenschaften eines Stoffes befinden sich in einer relativ starken Abhängigkeit von Umgebungseinflüssen, aber auch von den physikalischen Eigenschaften des zu untersuchenden Materials [45]. Trotz der limitierenden Anzahl der Werkstoffe, für die eine Anwendung möglich wäre, und trotz deren Funktionseigenschaften [46, 47] sind die elektrischen und magnetischen Verfahren typisches Beispiel der Benutzung von Wechselstromeigenschaften als eine etablierte Prüfmethode zur Inspektion von Materialoberflächen [48, 49].

2.1.3 Radiografische (oder Strahlungs-) Prüfungen

Das Röntgenverfahren wird in der Werkstoffanalyse schon seit langem zur Untersuchung der Bauteile und Bindungen, z. B. zur Detektion von Guss- und Schweißnahtfehlern (angewandte Metallindustrie), genutzt. Die Qualität der Ergebnisse nach Anwendung von Röntgenstrahlen bekam eine neue Dimension nach der Entwicklung der EDV-Systeme, als zur Durchführung von Versuchen die analoge fast vollständig durch digitale Sensortechnik ersetzt wurde [50, 51]. Meist findet die sog. Durchstrahlprüfung mit entsprechenden Radioskopie-Systemen [52] Einsatz, die sich ebenfalls in anderen Wissenschaftszweigen bereits bewährt haben [53]. Die langjährige Nutzung dieser Messsysteme schaffte eine Basis für die ständige Realisierung neuer Ideen, die als Grundprinzip eine Durchstrahlungsprüfung verwenden [54, 55]. Die Einsatzgrenzen der Durchstrahltechniken werden im Wesentlichen bestimmt durch die maximal mögliche Objektabmessung und die sog. maximal mögliche Durchstrahllänge [56]. Die bis heute eingesetzten Systeme decken üblicherweise nur einen engen Bereich von Objektabmessungen und Durchstrahlängen ab. Daraus ergibt sich ein relativ enges Spektrum an Materialien und deren Geometrien [57], die mit den Anlagen für Röntgendurchstrahlprüfung untersucht werden können. Die Verlässlichkeit der Ergebnisse aus einer solchen Materialprüfung ermöglichte der Röntgendurchstrahltechnik sowohl einen großindustriellen [58-60] als auch einen wissenschaftlichen Einsatz [61, 62].

Ein anderes Phänomen (neben dem Ergebnis der Röntgenabsorption), das auftritt, wenn die Röntgenstrahlen auf die geordneten Elementarteilchen eines Stoffes auftreffen und anschließend gebeugt werden [63, 64], ist in der wissenschaftlichen Analytik benutzt worden, wo präzise Aussagen über die Materialstruktur getroffen werden müssen. Auch diese Anwendung von Röntgenstrahlen gewann Bedeutung in der praktischen Nutzung, als man begonnen hat, die Röntgenbeugungsmuster durch digitale Systeme und EDV zu bearbeiten und auszuwerten [65]. Seit geraumer Zeit werden auch im Sektor der Materialprüfung Ideen zur Nutzung von Röntgenbeugung realisiert [50, 66-68].

2.2 Röntgenstrahlung

Für seinen Versuch zur Untersuchung der Anodenstrahlen hat im Sommer 1895 Wilhelm Conrad Röntgen, Physikprofessor an der Würzburger Universität, eine Apparatur konstruiert, deren Hauptteil eine evakuierte Glasröhre war, die vom Licht abgeschirmt in einem schwarzen Pappkasten lag [63, 69]. Im November desselben Jahres, nachdem die ersten Versuche auf Fotopapier in seiner Schublade ungewollt die Umrisse einer darauf liegenden Schere hinterlassen hatten, stellte er neben seiner Versuchsstätte, in der er die X-Strahlen (wie Röntgen sie nannte) untersuchen wollte, ein Schild auf, das mit Bariumplatinocyanid-Kristallen versehen war. Immer, wenn er einen Impuls durch seine Röhre leitete, leuchtete dieser Schirm auf. Schon Silvester schickte Röntgen seinen Kollegen eine Neujahrskarte mit der ersten ‚Röntgenaufnahmen‘ der Faust seiner Frau.

Bereits die Experimente, die durchgeführt worden waren, um die Dualismus-Postulate von Planck und später von Einstein und de Broglie (Kapitel 6.2) zu prüfen, deuteten auf die zukünftige Anwendung in der wissenschaftlichen Erforschung bestimmter elektromagnetischer Wellen bzw. beschleunigter Elementarteilchen hin.

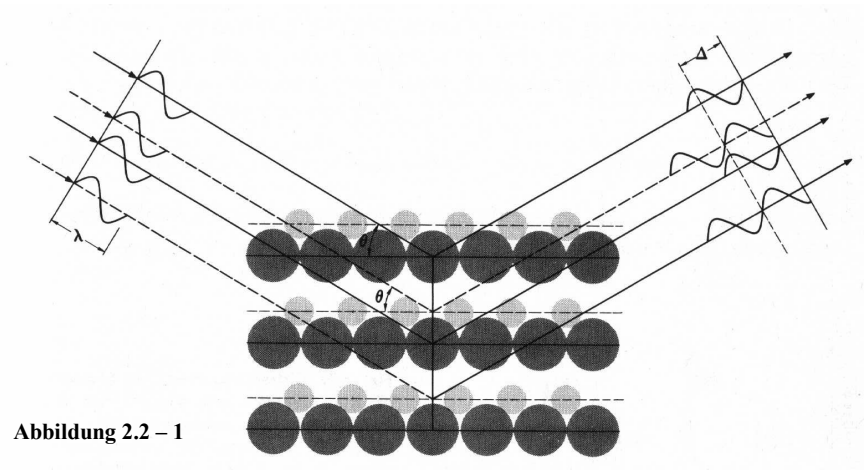


Abbildung 2.2 – 1

Abbildung 2.2 – 1: Beugung der (elektromagnetischen oder) Röntgenstrahlung um ein Kristallgitter

So ist es auch mit den Röntgenstrahlen. Eine der Experimentalmethoden war die Benutzung der verschiedenen materiellen Medien, durch die eine Fortpflanzung der Röntgenstrahlen untersucht wurde [2].

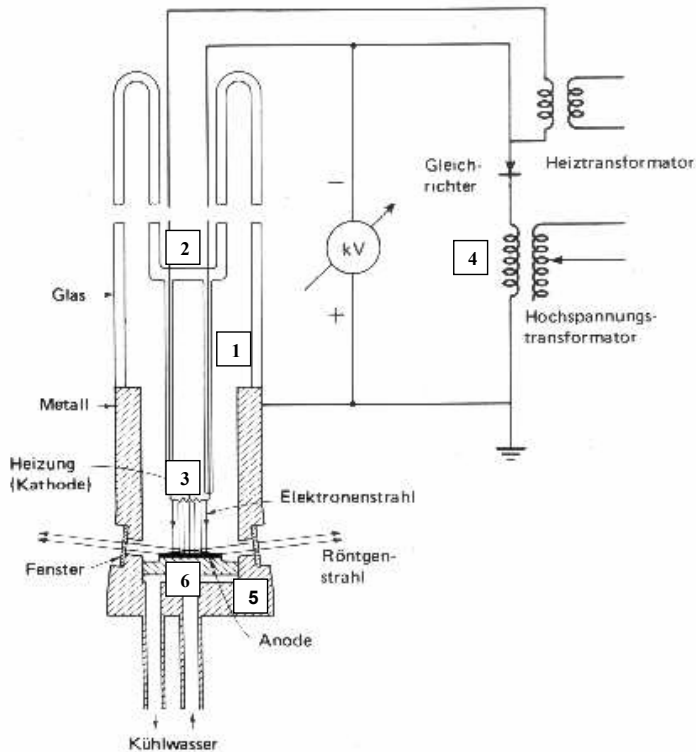
Im Gegensatz zu einigen anderen elektromagnetischen Strahlen verringern die Röntgenstrahlen ihre Geschwindigkeit beim Übergang von einem zum anderen Medium (wie zum Beispiel das sichtbare Licht) kaum oder überhaupt nicht und somit kann es zur keiner Brechung von deren Ausbreitungsrichtung an der Grenze zweier Medien kommen. Deshalb bleiben konventionelle optische Systeme zur Handhabung der Röntgenstrahlen ohne nutzbare Wirkung. Aber wie jede elektromagnetische Welle, so erfahren auch die Röntgenstrahlen eine Beugung, falls sich in ihrer Ausbreitungsrichtung eine Anordnung aus wiederholbaren (materiellen) Einheiten in der Form eines Gitters befindet. Nach der Beugung der ankommenden Wellen um das Gitter, werden sich nur die Wellen weiter fortpflanzen, die zu konstruktiven Interferenzen werden. Konstruktiv interferieren die abgebeugte Wellen, dessen Amplituden oder allgemein die Schwingungen in der Phase oder fast in der Phase sind [3]. Jede (materielle) Einheit im Beugungsgitter wird zu einer neuen Quelle der Wellen gleicher Energie $h\nu$, die einmal die Photonen, die sie in Schwingung brachten, hatten. Daher sind die Abstände zwischen den Schichten von Gittereinheiten d neben dem Welleneinfallswinkels θ von Bedeutung für das Entstehen der Beugung. Als Schluss folgt hieraus, dass, falls überhaupt ein Einfluss auf die Phasenverschiebung abgebeugter einzelner Wellen ausüben ist, die Abstände d im Beugungsgitter die gleiche Größenordnung haben müssten, in der die Wellenlänge λ dieser Welle gemessen wird.

Oder anders betrachtet: falls man eine Anordnung von materiellen Einheiten untersuchen möchte, müsste man eine Oszillation der Wellenlänge auf die Gitter schicken, in deren Größenordnung die Gittergeometrie liegt.

Die Eigenschaft der Röntgenstrahlen, dass ihre Wellenlänge gerade in der Größenordnung ausgedrückt wird, in der atomare und zwischenmolekulare Abstände in einem Kristall dargestellt werden, machte die Röntgenbeugung zu dem Instrument der Strukturuntersuchung von im festen Aggregatzustand befindlicher Materie mit einer inneren Fernordnung.

In Abbildung 2.2–2 ist eine moderne (fixe) Röntgenröhre, eine sog. *sealed tube*, zu sehen [70]. Der innere Teil der Röhre (1) steht unter Vakuum und ist von der oberen Seite durch eine Glasglocke vergesiegelt. In der Mulde (2) dieser Glasform befindet sich die Steckdose für den Gleichhochspannungsanschluss. Damit bleiben – nicht nur durch das Glas, sondern auch durch das innerhalb der Glasglocke befindliche Vakuum – Hochspannungsüberschläge unterbunden. So ist die Kathode (3) an den negativen Pol der Gleichstromquelle (4) angeschlossen. Das starke elektrische Feld wird nun durch das Anbringen des positiven Pols an das Gehäuse (5) gewährleistet, in dem sich die Anode (6) befindet.

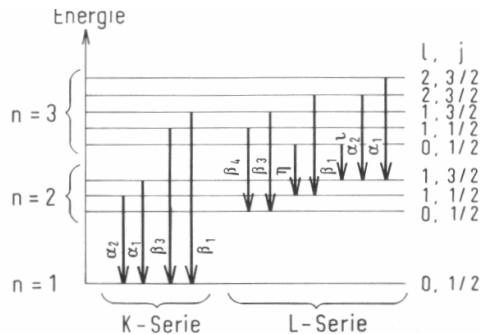
Abbildung 2.2 – 2: Moderne Röntgenröhre des Typs sealed tube für den Einsatz in Diffraktometern



Die Elektronen aus der erhitzten Kathode (3) werden zur Anode (6) beschleunigt. Die Energiemenge der einzelnen beschleunigten Elektronen $h\nu$ wird nach Zusammenprall und Abbremsung durch die einzelnen Atome des Anodenmaterials in Quanten kurzweiliger elektromagnetischer Strahlung (Bremsstrahlung) und in thermische Energie umgesetzt, wenn die letzteren aus dem angeregten wieder in den ursprünglichen energetischen Zustand übergehen [71].

Doch eine gewisse Anzahl der Elektronen sowie beachtliche Bruchteile der Bremsstrahlung ionisieren die Atome der Anode durch das Herausschlagen von Elektronen in tiefer liegenden Schalen, die die kleine Hauptquantenzahlen n besitzen (Abb. 2.2-3). Während der Rekombination, die folgt, wird ein Elektron aus dem Zustand mit höherer Hauptquantenzahl n' den durch die Ionisation freigewordenen, energetisch tiefer liegenden Zustand einnehmen.

Abbildung 2.2– 3: Prinzipielles Schema der Quantenübergänge (zu den niedrigeren Hauptschalen) nach einer Ionisation



Die Energiedifferenz der beiden Zustände manifestiert sich augenblicklich in Form elektromagnetischer Strahlung. Die Photonen, die charakteristisch für die beteiligten Atome des Anodenmaterials sind, überlagern sich mit der Bremsstrahlung. Diese charakteristische Strahlung (Abb. 2.2-4) besteht aus mehreren Linien hoher spektraler Schärfe und ihre Wellenlänge ist von der Beschaffenheit der Anode abhängig.

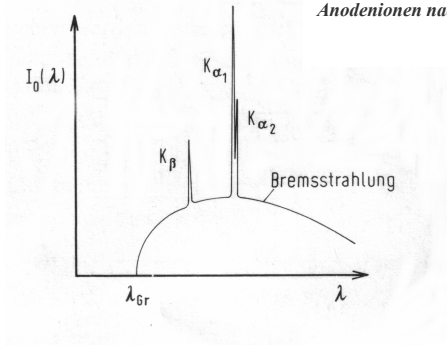
Anti-kathode	$\lambda_{K\alpha_1}$ [nm]	$\lambda_{K\alpha_2}$	$\lambda_{K\alpha}$	$\lambda_{K\beta_1}$	Filterfolien zur Unterdrückung der β -Strahlung	geeignete Dicke*
Cr	0,22896	0,22935	0,22909	0,20848	V	0,016 mm
Fe	0,19360	0,19399	0,19373	0,17565	Mn	0,016
Co	0,17889	0,17928	0,17902	0,16207	Fe	0,018
Ni	0,16578	0,16617	0,16591	0,15001	Co	0,013
Cu	0,15405	0,15443	0,15418	0,13922	Ni	0,021
Mo	0,07093	0,07135	0,07107	0,06323	Zr	0,108
Ag	0,05594	0,05638	0,05608	0,04972	Pd	0,030
Au	0,018018	0,018506	0,018181	0,015897		

Abbildung 2.2 – 4: Verschiedene Wellenlängen der Röntgenphotonen in Abhängigkeit vom Anodenmaterial

Die Röntgenlinien werden dann nach den Hauptquantenzahlen bzw. den Atomschalen gekennzeichnet: mit $n=1$ die K-Serie, mit $n=2$ die L-Serie, mit $n=3$ die M-Serie. Die charakteristische Strahlung, die auftritt, wenn sich das „Auffüllen“ der wegen der Ionisation freigewordenen K-Schale durch die Elektronen der L-Schale ereignet, bezeichnet man mit α_1 . In Analogie dazu bezeichnet man die Röntgenstrahlen, die durch den „Elektronenübergang“ von der M-Schale auf die K-Schale auftreten, als β_1 . Eine nähere

Analyse zeigte, dass diese spektralen Linien auch die Nebenquantenzahlen beeinflussen und zwar nach Maßgabe des j . Daher treten bei dem Elektronenübergang aus der p - in die s -Orbitale zwei spektrale Linien auf, die zwei unterschiedlichen Energiezuständen entsprechen (für $j = \frac{1}{2}$ und für $j = \frac{3}{2}$).

Abbildung 2.2 – 5:
Charakteristische Strahlung der
Anodenionen nach der Abbremsung der
Elektronen



Diese Erscheinung bezeichnet man als α_1, α_2 – Duplex (Abb. 2.2-5). Für eine präzise Strukturanalyse benötigt man eine äquifrequente Strahlungsquelle, daher ist so eine Strahlung, wie auch das Vorkommen der K_β -Strahlung, unerwünscht. Vor der eigentlichen Anwendung so gewonnener Röntgenstrahlen werden sie auf eine gewünschte Wellenlänge gebracht werden müssen.

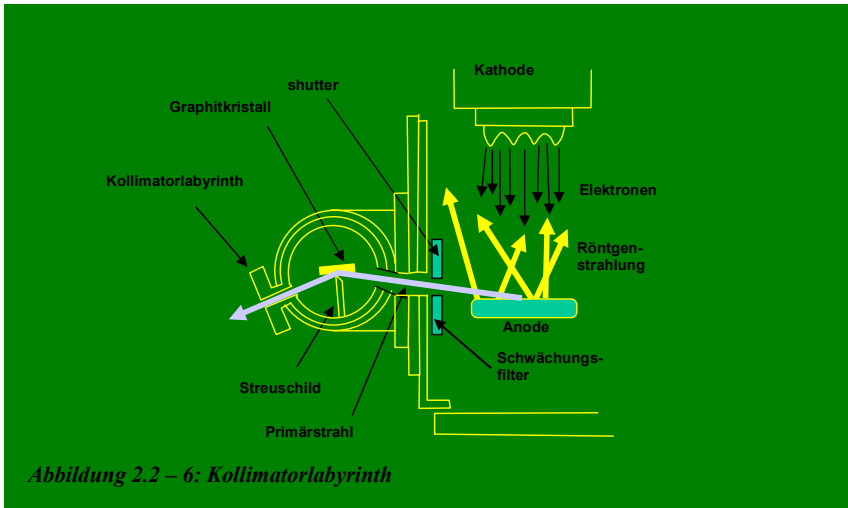


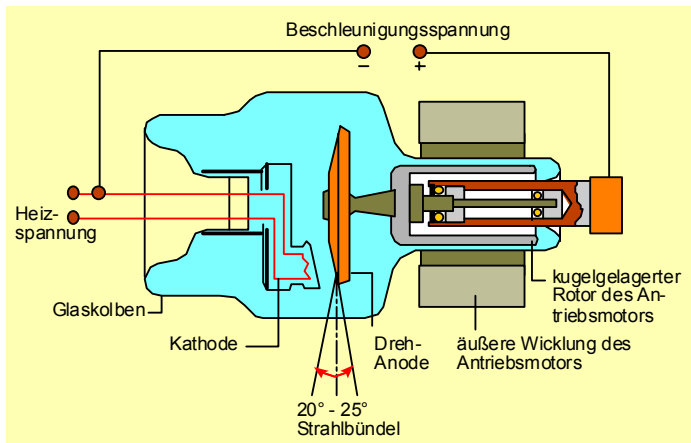
Abbildung 2.2 – 6: Kollimatorlabyrinth

Die störenden Teile des Spektrums können durch den Einsatz von Absorptionskantenfiltern unterdrückt werden. Alternativ werden die Strahlen im sog. Kollimatorlabyrinth [70]

(Abbildung 2.2–6) monochromatisiert und zwar durch den Einsatz von Graphitkristall, das in der Stellung steht, die eine konstruktive Interferenz nach der Beugung an der Kristallebene (001) gewährleistet.

Die Intensität der Strahlung ist von der angelegten Gleichspannung an die Anode abhängig. Die Beschleunigungsspannung kann bei der *sealed tube* ganze Zehnern kV betragen. Bei der hohen Röhrenspannung ist eine Wärmeentwicklung nicht vernachlässigbar und die Wasserkühlung der Kehrseite der Anode bei einer *sealed tube* stößt auf physikalische Grenzen. Im Falle eines Bedarfs an hoher Intensität der im Kollimatorlabyrinth monochromatisierten Röntgenstrahlen verwendet man Röhren, in denen eine tellerartige Anode rotiert [70]. Der unerwünschte Einfluss der Wärmeentwicklung auf das Anodenmaterial bleibt bei der Verteilung des Brennflecks wegen der schnellen Rotation aus, die bis zu einige Tausend Umdrehungen in der Minute einstellbar ist. Über das restliche Gehäuse, das permanent evakuiert ist und über die Kupferhalterung wird anschließend die Wärme passiv abgeführt.

Abbildung 2.2 – 7: Röntgenröhre mit Drehanode



2.2.1 Bedeutung von konstruktiven Interferenzen der Röntgenbeugung

Die gezielte Verwendung der kollimierten Röntgenstrahlen zum Zwecke der Analyse von Substanzen, die im festen Aggregatzustand unter einer Fernanordnung vorkommen oder in solch einen Zustand unter vertretbarem technischen Aufwand leicht überführbar sind, hat sich in der Forschung als eine zuverlässige Untersuchungsmethode etabliert. Dies vor allem deswegen, weil die Wellenlänge der Röntgenstrahlen die Größenordnung besitzt, in der interatomare und intramolekulare Abstände gemessen werden. Gerade deshalb, weil heute die Röntgenbeugung als Routine-Strukturuntersuchung weitgehend hardware- aber vor allem softwaregesteuert sind, ist es von besonderer Bedeutung, die physikalischen Zusammenhänge, die die Ausbildung der Röntgenreflexe bedingen, zu verstehen. Dann wird auch die Handhabung des komplexen Instrumentariums verständlicher und die Operationen der zusammengesetzten Auswertungsprogramme beherrschbar.

Für eine erste Reihe der Beugung (Kapitel 6.2.2) von elektromagnetischen Wellen um ein Gitter, dessen Abstände in der Größenordnung gemessen werden, wie die Wellenlänge λ dieser Welle, lautet das Bragg'sche Gesetz:

$$\lambda = 2d \cdot \sin \theta \quad (n=1) \quad (2.2.1-1)$$

Um diese physikalische Gesetzmäßigkeiten begreifbar zu machen, verwendet man das universelle Werkzeug der Wissenschaft und Technik, die Mathematik. Mit einem mathematischen Zwischenschritt können wir die Gleichung (2.2.1-1) auch als Ausdruck schreiben [69]:

$$\frac{1}{d} = \frac{2}{\lambda} \cdot \sin \theta \quad (2.2.1-2)$$

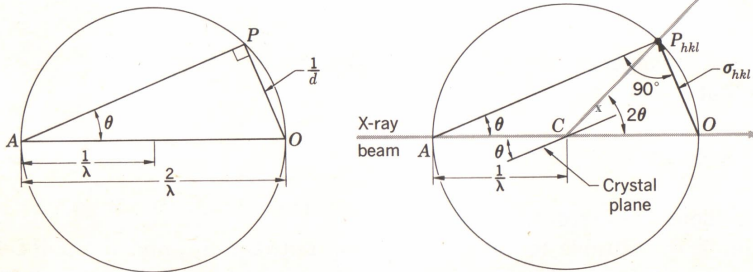
Ferner kann die trigonometrische Funktion des Einfallswinkels θ vom kollimierten Röntgenstrahl auf die Probe, unter dem es zu einer konstruktiven Interferenz kommt, dargestellt werden als:

$$\sin \theta = \frac{\frac{1}{d}}{\frac{2}{\lambda}} \quad (2.2.1-3)$$

Ein Dreieck, dessen Basis der Durchmesser eines jeden Kreises ist und dessen dritter gegenüber liegender Gipfel auf dem darüber stehenden Halbkreis liegt, ist zwangsläufig rechtwinkelig (Abb. 2.2.1-1). Der Aussage des trigonometrischen Ausdrucks (2.2.1-3) zu Folge ist dann der Winkel θ am Gipfel A angesiedelt. Die Hypotenuse des Dreiecks APO, $2/\lambda$

ist hiermit der Durchmesser des Kreises. Demzufolge ist die Länge PC (die Verbindung des Dreieckspunktes P mit dem Kreiszentrum C) dann der Radius des Kreises und beträgt $1/\lambda$. Dieses neue Dreieck ACP ist ein Gleichschenkelndreieck $AC = 1/\lambda = CP$. So muss dann auch der Winkel am Gipfel P gleich dem Winkel θ sein. Der Außenwinkel dieses Dreiecks ACP am Gipfel C ist gleich der Summe, der (dem Gipfel C) gegenüberliegenden Winkeln auf der Seite AP, also 2θ .

Abbildung 2.2.1 – 1: Ewaldkonstruktion



Zur diesem Gebilde fügen wir noch einige geometrische Überlegungen an: Durch das Kreiszentrum C legen wir eine Parallele zur Länge AP. Generell sind die Winkel, die ersten (einen) gemeinsamen Schenkel und andere gegenseitig parallele Schenkel haben, die gleich große Wechselwinkel. So ist es auch in diesem Fall, wo diese Parallele (durch den Gipfel C) zur Länge AC unter dem Winkel θ steht.

Die Parallele durch C (falls verlängert) schneidet den betrachteten Kreis in zwei Hälften. Somit muss die Summe aller Winkel auf einer Seite 180° betragen. In einem jeden Dreieck beträgt wiederum die Summe aller seiner (inneren) Winkeln 180° (also am Gipfel C ein Winkel von $180^\circ - 2\theta$). Alle die Winkel, die an der Parallele durch C liegen, sind dann:

$$\theta + (180^\circ - 2\theta) + x \quad (2.2.1 - 4)$$

Diese Zusammensetzung zeigt, dass der Winkel x gleich dem Winkel θ ist.

Im Gleichschenkelndreieck CPO ($CO = CP = 1/\lambda$) ist der Winkel am Gipfel C bekannt (2θ) und somit sind die zwei anderen Winkel untereinander gleich und betragen $(180^\circ - 2\theta)/2$ bzw. $(90^\circ - \theta)$

Eine Seite des Dreiecks CPO, nämlich OP, können wir mittels der trigonometrischen Funktion mit der Länge CP in Beziehung setzen:

$$\cos(90^\circ - \theta) = \frac{OP}{CP} = \sin \theta \quad (2.2.1 - 5)$$

Nun ist CP Radius dieses Kreises, das der Kehrwert der Wellenlänge von Röntgenstrahlen $1/\lambda$ beträgt und θ ist der einzige Einfallswinkel des kollimierten Röntgenstrahls AC, bei dem es zur konstruktiven Interferenz kommen kann.

$$\sin \theta = \frac{\frac{OP}{1}}{\frac{1}{\lambda}} = \frac{OP}{\frac{2}{\lambda}} \quad (2.2.1 - 6)$$

Der Vergleich der Gleichung (2.2.1-6) mit dem Ausdruck des umgeformten Beugungsgesetzes (2.2.1-3) bringt zwangsläufig den Schluss, dass die Länge OP dem Wert $1/d$ entspricht, dem Kehrwert der Kristallebenen.

Mathematisch sind alle Überlegungen schlüssig. Doch welche physikalische Bedeutung hat diese Konstellation?

Die Gerade ACO ist der Röntgenstrahl, der im Punkt C um die Kristallebene unter dem Einfallswinkel θ gebeugt wird. Nur ein bestimmter Einfallswinkel bedingt nach dem Bragg'schen Gesetz die konstruktive Interferenz. Der primäre Röntgenstrahl verlässt den Kreis im Punkt O und der gebeugte Strahl schneidet den Kreis im Punkt P. Dieser Punkt auf dem Kreis bezeichnet also den Beugungsreflex konstruktiver Interferenz. Nur wenn der Winkel am Gipfel P des Dreiecks APO ein rechter Winkel ist, gelten die Bedingungen aus den Gleichungen (2.2.1-3), (2.2.1-5) und (2.2.1-6). Demzufolge bedeutet ein anderer Punkt P außerhalb der Kreislinie destruktive Interferenz und keinen Beugungsreflex. Mit der Änderung des Einfallswinkels θ ändert sich auch die Form des Dreiecks APO. In jeder neuen Situation bleibt es aber ein rechtwinkliges Dreieck (da oberhalb des Kreisdurchmessers im zugehörigen Halbkreis). Die Länge OP, als Normalenvektor der Kristallebene, die sich im Zentrum C befindet und auf der gerade Diffraction konstruktiv stattfindet, gibt die analytisch-geometrische Güte der Kristallebene durch Länge und Ausrichtung wider. Der Punkt P auf der Kreislinie entsteht als geometrische Information der konstruktiven Interferenz der Beugung von Röntgenstrahl AC an der Stelle C des Kristalls. Daher erfolgt durch die

Änderung des Dreiecks APO eine Anordnung neuer Punkte P, für die alle das Bragg'sche Gesetz erfüllt ist. Diese Anordnung gleicht einem Gitter (Abbildung 2.2.1–2), dessen Punkte P nach jeder konstruktiven Interferenz gebeugter Röntgenstrahlen von dem Punkt O aus (der für jede neue Form des Dreiecks APO immer ruht) um den reziproken Wert der Abstände zwischen den Ebenenscharen im untersuchten Kristall entfernt ist.

Abbildung 2.2.1 – 2: Das reziproke Gitter

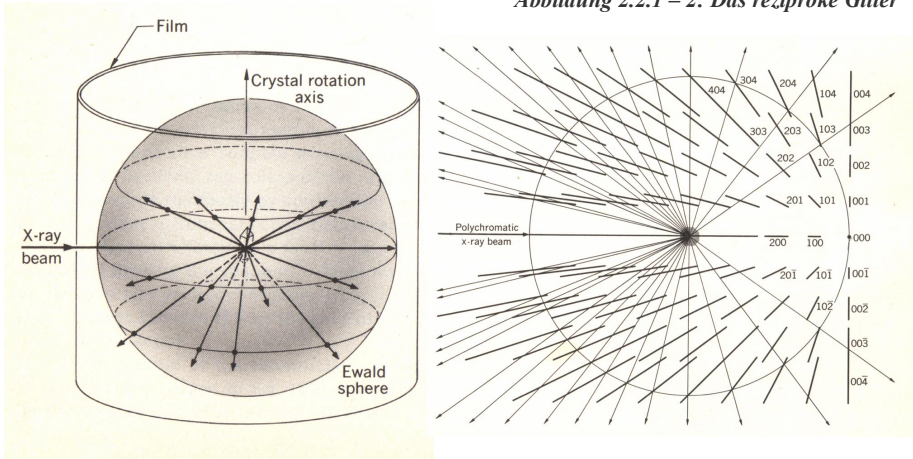


Abbildung 2.2.1 – 3: Ewaldkugel

Nun sind Kristalle stereometrische Gebilde mit einer periodisch wiederholbaren Anordnung. D. h., dass die betrachtete Ebene, in der sich die Ewald'sche Konstruktion und das (ebene) reziproke Gitter befinden, tatsächlich nur ein Ausschnitt aus einer ganzen Kugel (Abbildung 2.2.1–3) sind. Falls der Kristall um die vertikale Achse zu rotieren beginnt, so ‚dreht‘ sich auch der Kreis, in dem sich das Rechteck APO befindet, mit und zeichnet die Ewald'sche Kugel aus. Solange sich der Kristall dreht, rollt die Ewaldkugel entlang einer toroidalen Zelle (Abbildung 2.2.1–4), deren Durchmesser dem Kugeldurchmesser entspricht. Nach einer vollen Umdrehung des Kristalls von 2π sind auch alle konstruktiv interferierenden, gebeugten Röntgenstrahlen aufgezeichnet. Die räumliche, dreidimensionale Anordnung der ganzen Familie von Punkten P steht somit in einem räumlichen reziproken Gitter.

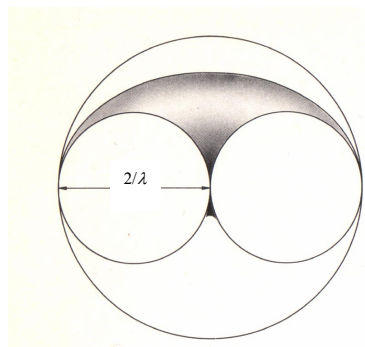


Abbildung 2.2.1 – 4: Die toroidale Bewegungzone der Ewaldkugel

Eine einmal durch das einzelne Röntgenphoton angeregte materielle Einheit im Kristallgitter strahlt elektromagnetische Wellen der gleichen Frequenz (die einmal die Anregungswelle hatte) aus – und zwar in alle Richtungen im Raum. Unter Berücksichtigung der Beugungsbedingung von Bragg ist somit nicht nur ein Punkt P, sondern ein ganzer Kreis auf der Ewald'schen Kugel, dessen Durchmesser in einer funktionellen Abhängigkeit von OP steht (Abbildungen 2.2.1–1, 2.2.1–5), eigentlich eine geometrische Information der konstruktiven Interferenz.

Die Aufnahmen der gebeugten Röntgenstrahlen bei der Strukturbestimmung geben uns aber, wie am Beispiel eines untersuchten Kristalls

erklärt, diskrete Signale, die auf einer Leinwand auf die Knotenstellen eines Gitters hinweisen (Abb. 2.2.1-6). Gestützt auf das Gesetz von Bragg entwickelte Max von Laue eine andere Art der Betrachtung von Diffraction, indem er zu dieser planaren Variable, dem Kreis (Radius in Abhängigkeit von OP), eine weitere stereometrische Variable definierte, nämlich den Kegel der Mantellänge (der Seitenlänge) PC, des Gipfel in Zentrum der Diffraction C und des räumlichen Winkels 2θ (Abbildungen 2.2.1–1, 2.2.1–4).

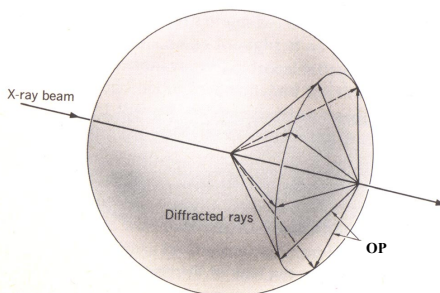


Abbildung 2.2.1 – 5: Laue-Kegel in der Ewaldkugel

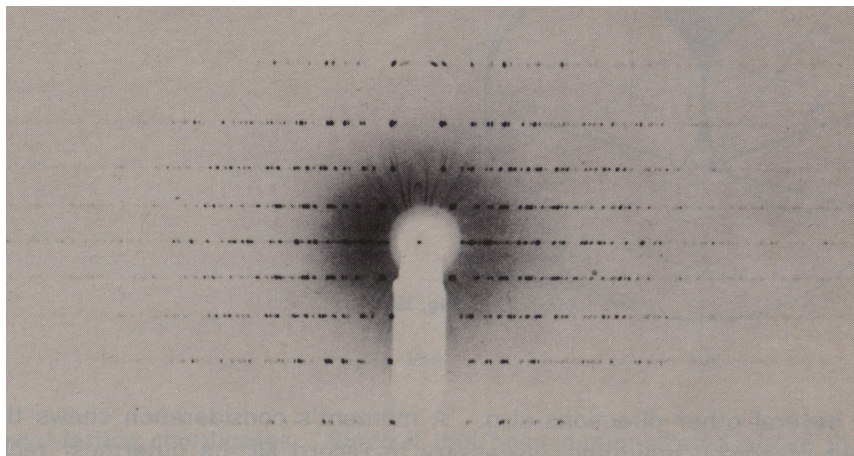
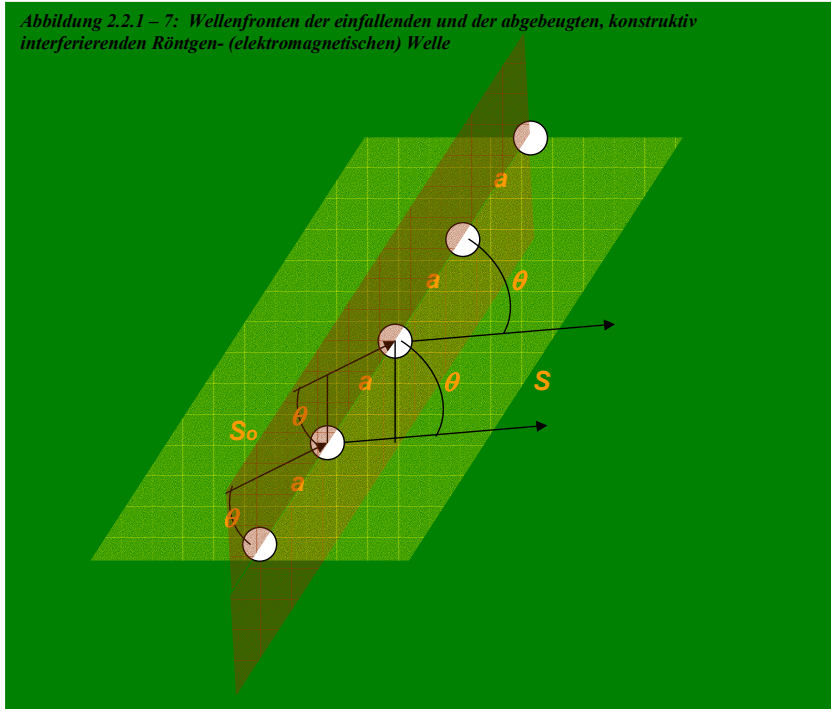


Abbildung 2.2.1 – 6: Aufgezeichnete Röntgenbeugungsmuster (Röntgenbeugungsreflexe) auf einer Fotoplatte

Betrachten wir eine (zunächst eindimensionale) Anordnung von Atomen, die voneinander um den Abstand a entfernt sind. Diese erreicht eine Welle der Röntgenstrahlung, charakterisiert durch den Vektor S_0 . Diese Welle wird um dieses Gitter gebeugt und dadurch entsteht die Wellenfront, dargestellt durch den Vektor S . (Abbildung 2.2.1–7). Damit die um die



Atomreihe gebeugte Welle in der Phase bleibt, muss der Wegunterschied zweier Wellen der ganzzahligen Vielfachen h der Wellenlänge λ entsprechen.

$$aS - aS_0 = a(S - S_0) = h\lambda \quad (2.2.1 - 7)$$

Die Ausdrücke aS und aS_0 deuten auf die zusätzlichen Distanzen der einfallenden und abgebeugten Röntgenstrahlen hin, die bewältigt werden müssen, um die konstruktive Interferenz zu erzielen. Die Werte aS und aS_0 sind durch die trigonometrische Beziehung über den Einfallswinkel θ mit dem Abstand a (der Hypotenuse) verbunden. Hierbei ist zu betonen, dass die einfallende und die abgebeugte Welle nicht koplanar sein müssen (Abbildung 2.2.1–7). Somit hat der Vektor S die Freiheit, den Rotationskörper, einen Kegel gleicher Seitenlänge (in der Wert des Winkels θ), um die Atomreihe zu beschreiben (Abbildung 2.2.1 – 5).

Diese Überlegung kann man nun auf den zweidimensionalen bzw. dreidimensionalen Raum (Abbildung 2.2.1–8) übertragen. Bedingung zur konstruktiven Interferenz nach der Beugung um die Richtung, bei der die Atome die Abstände b untereinander haben, ist daher:

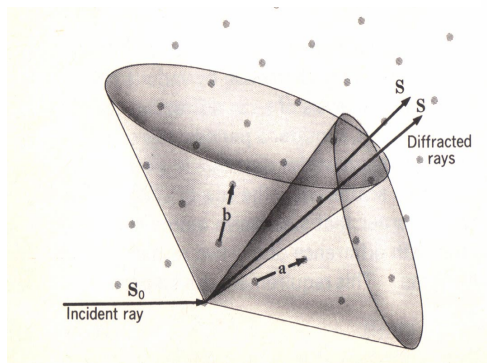
$$bS - bS_0 = b(S - S_0) = k\lambda \quad (2.2.1 - 8)$$

wobei k ein ganzzahliger Koeffizient des Unterschiedes der Weglängen von einfallender und abgelenkter Welle ist. Auch hier darf der Vektor S um die Reihe b einen Kegel beschreiben (Abbildung 2.2.1–8).

Abbildung 2.2.1 – 8: Hohlrotationskörper, beschrieben durch den Vektor der abgelenkten Wellenfront (Laue-Kegel)

Dieses Verfahren, angewendet auf die dreidimensionale Matrix von Atomen (und/oder Molekülen) in einem Kristall, erbringt auch die dritte Gesetzmäßigkeit für die Atomreihe c .

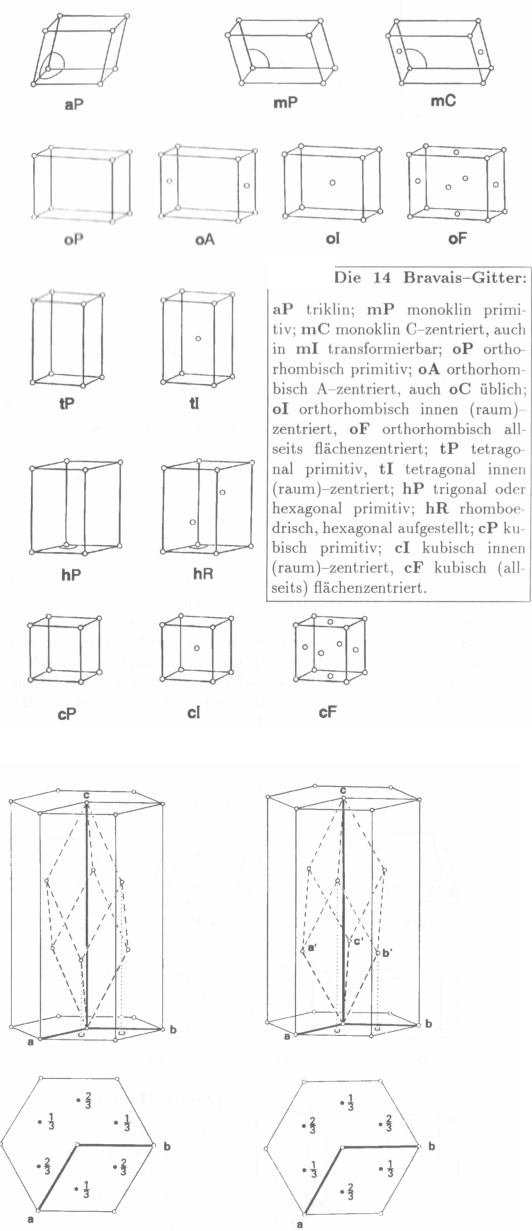
$$\begin{aligned} a \cdot (S - S_0) &= h\lambda \\ b \cdot (S - S_0) &= k\lambda \\ c \cdot (S - S_0) &= l\lambda \end{aligned} \quad (2.2.1 - 9)$$



Diese drei Laue-Bedingungen (nachdem der dritte Kegel die bestehenden zwei in einer gemeinsamen Stelle schneidet) nutzen das Postulat von Bragg, umrahmen die Verwendbarkeit des Ewald'schen Konstruktion und geben analytisch-geometrische Voraussetzung zur konkreten mathematischen Position eines Punktes im Raum.

Aber die wichtigste Bedeutung des Versuches von Laue liegt darin, dass zur Erklärung von Ergebnissen (den Beugungsreflexen) ein Koordinatensystem angewandt wurde, das als Grundmaßeinheit gerade den reziproken Wert des Abstandes zwischen den Gitterebenen des untersuchten Kristalls hat. Das Konzept des reziproken Gitters in der Kombination mit den vierzehn typisierten, auf die Kristallisationsvermögen bestimmter Stoffe deutenden Einheitszellen (Abbildung 2.2.1–8) und daraus folgenden kristallografischen Richtungen bildeten die Fundamente der Röntgenstrukturanalyse und gewährleisteten die Nutzung dieser Methode in der wissenschaftlichen Analytik.

Abbildung 2.2.1 – 9: Bravais-Gitter



Rhomboedrische Elementarzelle in *obverser* (links) und *reverser* (rechts) hexagonaler Aufstellung

Die Röntgenbeugung [72] ermöglicht die Gewinnung der Daten über einen Stoff mit einer Präzision, die durch die Anwendung anderer zerstörungsfreien Untersuchungsmethoden nicht möglich ist. Verglichen mit diesen anderen kann die Diffraktionsmethode nicht nur die Hauptcharakteristiken eines Kristalls, sondern auch seine Bestandteile identifizieren. Dies verschaffte der Röntgenbeugung (XRD) ein weites Anwendungsfeld in der Forschung. Sie eignet sich gleich gut für die Untersuchung der keramischer Werkstoffe [73] wie für die und die Charakterisierung kristalliner Phasen des inspizierten Materials, bis hin zur Untersuchung von Korrosionsphänomene [74]; die Unterschiede der isomeren chemischen Verbindungen, die durch übliche chemische Reaktionen nicht nachgewiesen werden können, werden durch die Röntgenstrukturanalyse mit großer Sicherheit identifiziert; auch Polymere, die ein diskretes Röntgenbeugungsmuster vorweisen, können mit der Diffraktionsmethode studiert werden, wobei das Verhältnis zwischen der kristallinen und amorphen Phase ermittelt werden kann. Viele Werkstoffe, die durch das Extrudieren, Faser-Ziehen oder Roll-Ziehen zustande kommen, weisen verschiedene Grade der Anisotropie vor – die Information über die bevorzugte Orientierungsverteilung von Kristalliten solcher Werkstoffe wird aus Röntgenbeugungsmethode gewonnen. Eine Feststellung der Fehlbildung der Kristalle bzw. der Grad der Perfektion der Kristalle wird mit der Diffraktionsmethode als einem Werkzeug der Kristallographie erreicht. Das Verhalten der Substanzen unter simulierten, realitätsnahen Umgebungseinflüssen oder einfach unter künstlichen (Labor-)Bedingungen wird schon seit langem mittels der Röntgenbeugungsmethode beobachtet [75]. Die Möglichkeit des Einsatzes der Röntgenbeugung in der Untersuchung biologisch-organischer Verbindungen trug zur Entwicklung der Proteinkristallographie [76] oder sog. Strukturbioologie entscheidend bei. Neben dieser Palette der Anwendungen für die Röntgenbeugungsmethode sind sich die Wissenschaftler und Fachleute aber einig, dass die Röntgenpulverdiffraktometrie (Powder XRD) [77] und Hochtemperatur-Röntgenbeugung (HTXRD) [78-80] eine wahre Renaissance erleben [81], was sicherlich durch die explosionsartige Verbesserung der Systeme für elektronische Datenverarbeitung und die Entwicklung passender Auswertungsalgorithmen [82, 83] hervorgerufen wurde. Die hier dargestellte Methode zur Materialprüfung nutzt die Röntgenpulverdiffraktometrie [84] und die zugehörigen Auswertungsalgorithmen [85] als einen bewährten Untersuchungsmechanismus.

2.3 Induzierte Emission elektromagnetischer Strahlen

Nachdem die Welle eines elektromagnetischen Feldes ein Dielektrikum erreicht hat, kommt es zur Wechselwirkung mit den Elementarteilchen dieses Stoffes (Kapitel 6.2.2). Abhängig von der Frequenz der Wellen und somit von der einzelnen Energie der Quanten dieses Feldes, kann es zur Absorption dieser elektromagnetischen Strahlung kommen. Atome dieses Mediums besitzen die diskreten Energiezustände E_1 , E_2 , E_3 (Abbildung 2.3–1) etc. Falls ein

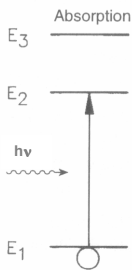


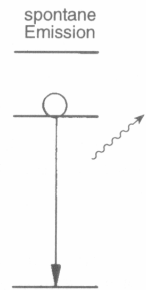
Abbildung 2.3 – 1

entspricht.

Die Rückkehr eines Atoms aus einem angeregten Zustand in einen tiefer liegenden Zustand kann nicht nur spontan erfolgen, sondern auch durch äußere Einwirkungen begünstigt werden. Während bei einer spontanen Emission das Photon statistisch in verschiedene Raumrichtungen emittiert wird, wird bei einer induzierten Emission das entstehende Photon in die Ausbreitungsrichtung des einst einfallenden Quants abgestrahlt. Um dem Dualismus der elektromagnetischen Strahlung zu genügen, kann man sagen, dass die induzierte Welle kohärent zur einfallenden Welle ist, d. h. diese induzierte Welle hat die gleiche Phase und gleiche Frequenz wie einst die Primärwelle. Absorption von Photonen spiegelt sich in der Anzahl der Übergänge N_A vom stabilen zum angeregten Energiezustand wider und somit gilt dies auch für die Anzahl der Atome eines Dielektrikums der Dicke d , die angeregt wurden. Die Intensität der absorbierten Strahlung ist der Anzahl der Energieübergänge N_A und der Materialdicke d proportional und mathematisch ist dies als eine natürliche logarithmische Funktion in integraler Form dargestellt:

Photon die Energie $h\nu$ trägt, die den Unterschied zweier Energieniveaus gerade überschreitet, dann bewirkt es, dass das Atom auf das höhere Energieniveau versetzt wird. Spontan, nach einer gewissen, von dem Aggregatzustand und der Art der Substanz abhängigen Verweilzeit, geht das Atom durch den Elektronenübergang aus diesem in seinen ursprünglichen Zustand über (Abbildung 2.3–2) [86] und dabei strahlt es ein Photon ab, dessen Energie der elektromagnetischen Erstanregungsstrahlung

Abbildung 2.3 – 2



$$I_A = I_0 \cdot e^{\eta N_A d} \quad (2.3 - 1)$$

I_0 ist die Intensität dieser bestimmten elektromagnetischen Strahlung im Vakuum vor dem Eintritt ins betrachtete Dielektrikum und hängt von der Photonendichte Φ , der (Licht-)Geschwindigkeit c und der Frequenz der Strahlung ν ab (der Proportionalitätskoeffizient h ist das Planck'sche Wirkungsquantum und η der Wirkungsquerschnitt der Absorption).

$$I_0 = h \cdot c \cdot \nu \cdot \Phi \quad (2.3 - 2)$$

Falls ein gezielt hervorgerufener Übergang eines Atoms aus dem angeregten in den energetischen Grundzustand durchzuführen ist, dann setzt man diesen Absorptionswirkungsquerschnitt dem der induzierten Emission gleich. Der Anzahl dieser Vorgänge, als das stimulierte Aussenden der elektromagnetischen Strahlung im Material der Dicke d entsteht, ist durch N_E gekennzeichnet. In Analogie zur Überlegung (2.3-1) ist die Intensität der Emission gegeben als

$$I_E = I_0 \cdot e^{\eta N_E d} \quad (2.3 - 3)$$

Letztendlich ergibt sich die Verstärkung der Strahlung als Differenz der absorbierten und induziert emittierten elektromagnetischen Wellen

$$I = I_E - I_A \quad (2.3 - 4)$$

Nachdem die Ausdrücke (2.3 - 1) und (2.3 - 3) in (2.3 - 4) eingesetzt wurden, erhalten wir

$$I = I_0 \cdot e^{\eta N_E d} - I_0 \cdot e^{\eta N_A d} \quad (2.3 - 4)$$

bzw.

$$I = I_0 \cdot e^{\eta(N_E - N_A)d} \quad (2.3 - 5)$$

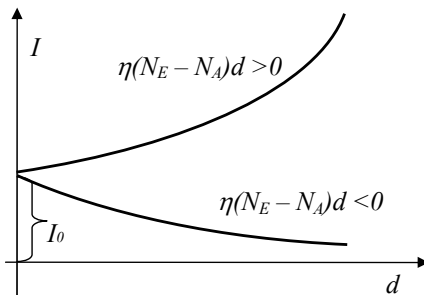
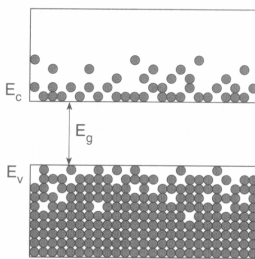


Abbildung 2.3 - 3: Intensität der induzierten elektromagnetischen Strahlung

Benötigen die Absorptionsvorgänge Quanten von höherer Energie, als dies die Photonen, die nach einem spontanen Übergang entstehen, erbringen, verkleinert sich die Anzahl der folgenden Emissionen und die ankommende elektromagnetische Strahlung wird im Dielektrikum gedämpft ($N_E < N_A$). Unter der Bedingung, dass die Photonen des auf das Dielektrikum wirkenden elektromagnetischen Feldes bezwecken, dass ein jedes einmal angeregte Atom in seinen Grundzustand zurückkehrt, dann wird die ohnehin zu emittierende Welle nach einem spontanen Übergang jetzt mit der einfallenden Welle überlagert. Die Anzahl der induzierten Emissionen ist größer als die der Absorptionen von Photonen ($N_E > N_A$). Die Folge ist eine *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation, LASER*, also eine Verstärkung der elektromagnetischen Strahlung innerhalb der bestrahlten Substanz.

Abbildung 2.3 – 4



In den bisherigen Überlegungen wurde davon ausgegangen, dass die Energiezustände in einem Dielektrikum diskrete Werte haben. Dies trifft jedoch nur zu, wenn wir die reinen Atome betrachten. Viele Stoffe (unterschiedlicher Aggregatzustände) sind dagegen molekularen Aufbaus und durch verschiedene Arten Atome und interne Wechselwirkungen sind die gequantelten Energieniveaus etwas verschwommen. In der Realität tritt also eine Unschärfe, eine Energielinienverbreiterung auf. Am leichtesten ist es, diese Erscheinung am Beispiel von

Feststoffen, der anorganischen Kristalle metallischer Oxyde z. B., nachvollziehbar (Abbildung 2.3–4), wo diese Energieniveaus als Bänder dargestellt werden könnten (Durch diesen Darstellungsmodus der Energiezustände ist es möglich, die Aufteilung der Materialien in elektrische Leiter und Isolatoren zu treffen). So betrachtet ist das Valenzband das höchstgelegene mit Elektronen fast vollständig erfüllte Energieband (E_V) und das Leitungsband ist die niedrigste noch mit Elektronen erfüllte Energieband (E_C) („C“, „to conduct“ - leiten). Das Photon eines elektromagnetischen Feldes, dessen Energie $h\nu$ der E_G („G“ - „gap“ - die Lücke) der (minimalen) Energiemenge zwischen zwei Bändern noch entspricht, wird ein Elektron aus dem Valenz- in das Leitungsband „pumpen“.

Die Substanz, aus der das Dielektrikum besteht, kann auch in gasförmigem Zustand vorkommen. Die Elementarteilchen eines Gases, erfasst durch die Maxwell'sche Geschwindigkeitsverteilung, üben aufeinander elastische Stöße aus. Daher beruht eine Energielinienverbreiterung in Gasen auch auf Molekularbewegungen. Bestrahlt man ein

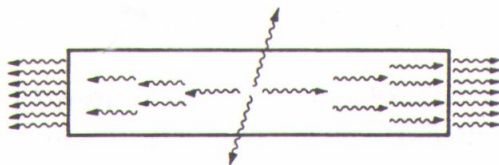
solches Dielektrikum, so werden die Charakteristiken induzierter Emissionen zwangsläufig hierdurch mit beeinflusst.

Steigt der Druck des Gases, so steigt ebenfalls die Anzahl der Zusammenstöße der Gasmoleküle (Druckenergielinienverbreiterung). Nach einem elastischen Stoss wird die Phase der induziert-emittierten Welle verändert. Die neu entstandene Wellenfront hat aber eine konstante Phase. Die Geschwindigkeit der Elementarteilchen ($v \ll c$) wird wiederum eine Frequenzveränderung der neu emittierten Welle verursachen (Dopplereenergielinienverbreiterung).

Der letzterwähnte Mechanismus, der zu einer Verbreitung diskreter Energieniveaus beisteuert, ist besonders zum Zwecke einer selektiven Verstärkung oder Abschwächung von elektromagnetischen Wellen interessant. Jedes Atom und/oder Molekül des Gases bewegt sich mit einer bestimmten Geschwindigkeit durch den betrachteten Raum. Wird es von einer elektromagnetischen Welle bestimmter Frequenz erreicht, so tritt eine Wechselwirkung mit jenen Elementarteilchen des Gases auf, die eine entsprechende Geschwindigkeit bzw. Frequenz haben.

1958 haben in den *Graham Bell Laboratories* [87] zwei Wissenschaftler, Arthur Schawlow und Charles Townes, das erste Gerät konstruiert, dessen Funktion auf der Eigenschaft der Lichtverstärkung durch die induzierte Emission der Strahlung basierte. In dem gleichnamigen Apparat, dem Laser, wird eine spontan emittierte elektromagnetische Strahlung mit der einfallenden in gleicher Richtung überlagert. Dabei ist in der Laserkavität ein Material eingeschlossen, bei dem es durch ein gewähltes Verfahren zu einer Übersetzung der Elementarteilchen in höhere Energieniveaus kommt (Abbildung 2.3–5). Am Anfang werden die spontanen Emissionen überwiegen. Die Laserphotonen, die sich entlang der Kavitätsachse bewegen, legen eine relativ große Strecke zurück. Damit die induzierten Emissionsprozesse überwiegen, muss die Verstärkung, charakteristisch für das bestrahlte Dielektrikum, groß genug sein, dass in Längsrichtung eine gebündelte, kohärente elektromagnetische Strahlung aus der Kavität austritt. Solch eine Laserfunktion, die eines Superstrahlers, weist ein mit Stickstoff gefüllter Laser auf.

Abbildung 2.3 – 5:
Funktionsprinzip eines
Superstrahlers



In vielen Fällen reicht wiederum die erzielte Verstärkung des ‚Laserlichtes‘ nach einem Lauf durch das Verstärkungsmaterial nicht aus. Deshalb ist es ein mehrfacher Photonendurchgang durch die Laserkavität zu gewährleisten, um die gewünschte Bündelung der elektromagnetischen Strahlen zu erzielen (Abbildung 2.3–6). Dies führt zu einer besonderen und diffizilen Anordnung von optischen Halb- und Vollhindernissen, die sich in der Laserkavität im aktiven Verstärkungsmaterial befinden.

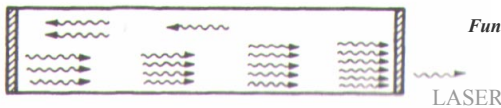
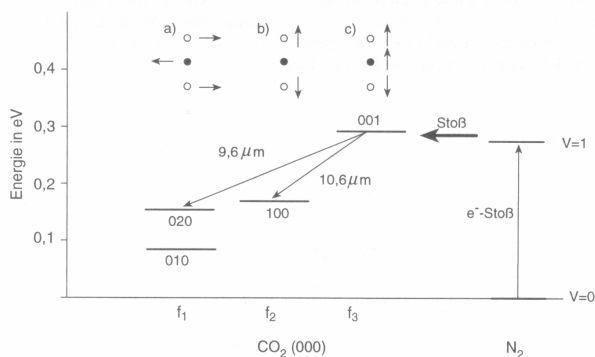


Abbildung 2.3 – 6:
Funktionsprinzip eines gewöhnlichen Lasers

Auch in einem gasförmigen optischen Medium gilt die Bedingung, dass es zur Lasertätigkeit kommt, falls $N_E > N_A$ bzw. $\eta(N_E - N_A)d > 0$ ist. Dabei wird die Energie über Elektronen- und Atomstöße auf ein höheres Niveau übertragen. Besteht das Gas nur aus einer Spezies (Edelgas), erfolgt die Anregung direkt durch einen Elektronenstoß.

Im Falle eines CO₂-Lasers, wo sich in der Laserkavität ein Kohlendioxyd-Stickstoff-Helium-Gemisch befindet, wird die Lasertätigkeit durch eine Gasentladung aufrecht erhalten. Das Helium, das als aktives Medium in einem CO₂-Laser bis zu drei Viertel des Volumens beträgt, ist nicht unmittelbar in den Laserprozess involviert. Dieses Edelgas dient dem Zweck der Druckerhöhung in der Laserkavität. Hierdurch wird die Stabilität der Entladung verbessert und die Temperatur des Dielektrikums günstig beeinflusst. Das Helium dient auch der Entleerung von unteren Laserniveaus. Hier werden die Stickstoffmoleküle im Gasgemisch eines CO₂-Lasers wiederum durch die Entladungsprozesse angeregt und übertragen ihre Energie auf die Kohlendioxydmoleküle weiter. Dieser wichtige Teilprozess ist die Anregung des Kohlendioxyds durch die metastabilen Stickstoffmoleküle, wobei die resonante Energieübertragung zwischen verschiedenen Atomen genutzt wird. Eine Übersetzung zum oberen Laserniveau („001“ in der Abbildung 2.3–7) entsteht also zum Teil durch Stöße mit den Entladungselektronen.

Abbildung 2.3 – 7: Quantenenergieniveaus eines CO₂-Lasers

Bei den molekularen Gasen sind die Niveaus aus Elektronen-, Schwingungs- und Rotationsenergie zusammengesetzt. Abhängig vom Vibrationsniveau (Kohlendioxid als ein dreiatomiges Molekül kann (a) Biege- sowie (b) symmetrische und (c) asymmetrische Längsschwingungen ausführen) wird eine Inversion nur zu den oberen Laserniveaus erzeugt, die weiter zu einer induzierten Emission führt. Bei normalen CO₂-Lasern tritt in der Regel nur der Wellenlängenbereich von 10,6 μm auf. Grund dafür ist der schnelle Energieaustausch zwischen den charakteristischen Energieniveaus (001) und (100). Der CO₂-Laser ist durch einen recht hohen Quantenwirkungsgrad von 45 % bei den Gasentladungsprozessen gekennzeichnet, der sich in dem hohen Gesamtwirkungsgrad von 10 bis 20 % widerspiegelt. Bezüglich seiner großen Leistungsspanne (von einigen Watt bis zu 100 kW) findet dieser Laser eine breite Anwendung in Technik, Medizin und wissenschaftlicher Forschung.

Die fruchtbarsten Entwicklungen kommen dort zum Vorschein, wo zwei Gebiete in der Wissenschaft zusammentreffen.

Werner Heisenberg

3. Simultane Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung zur zerstörungsfreien Untersuchung von hitzebeständigen und im festen Aggregatzustand befindlichen Materialien

Die Aufgabenstellung und die Motivation, die zur dieser Arbeit bewegten, waren von der Idee geführt, durch eine neue nicht-invasive Untersuchungsmethode zur Diagnose der Bauteile von Apparaten zu gelangen, die sich an den Toleranzgrenzen ihrer Arbeitsbereiche befinden und dabei unter extremen thermischen, statischen und dynamischen Belastungen stehen.

Eine Materialuntersuchung, die im Ganzen störungsfrei wäre, gibt es nicht. Um den Zustand einer Substanz näher betrachten zu können, müssen wir ihre Elementarteilchen durch eine Energieform beeinflussen. Dies trifft besonders zu, wenn die Aussagen über Eigenschaften eines Materials mit Hilfe der elektromagnetischen Strahlung getroffen werden.

Eine Untersuchung eines Stoffes kann nur als zerstörungsfrei gelten, wenn die Elementarteilchen des untersuchten Stoffes in die Lage zurückkehren, die sie vor der Untersuchung hatten. Für anorganische Materie und für eine Großzahl der organischen nichtbiologischen Stoffe trifft diese Voraussetzung für die Röntgen-Diffraktometrie zu.

Falls die Diffraktometrie unter einer Temperaturvariation betrieben wird, dann werden sich zwangsläufig die Oszillationen der Atome eines Stoffes um deren Ruhelagen vergrößern oder verkleinern und somit verschmieren sich oder konzentrieren sich die Elektronenwolken, an denen sich die Beugung der Röntgenstrahlen ereignet. Durch die Röntgenbeugungsmethode ist es somit möglich, sehr feine thermische Unterschiede in der Oberflächenstruktur eines Materials festzustellen, was dieses in der wissenschaftlichen Experimentalanalytik etablierte Verfahren [64, 88, 89] von anderen abhebt.

Die hier dargestellte zerstörungsfreie Prüfmethode macht Gebrauch von der Röntgendiffraktion, wobei ein parallelisierter Röntgenstrahl als Teststrahl auf das Objekt geschickt wird. Die dadurch gewonnenen konstruktiven Interferenzen nach der Röntgenbeugung (Kapitel 2.2) werden in einem Flächendetektor registriert und liefern somit präzise Aussagen über die Oberflächenstruktur. Hier zeigt sich eine der physikalischen Begrenzungen der Röntgenbeugung. Ein so vorbereiteter und kollimierter Strahl dringt in Abhängigkeit von dem Absorptionsgrad der Materie höchstens einige Zehntel Millimeter unter die Oberfläche der Probe ein und dadurch können keinerlei Aussagen über den Materialzustand in der Tiefe getroffen werden.

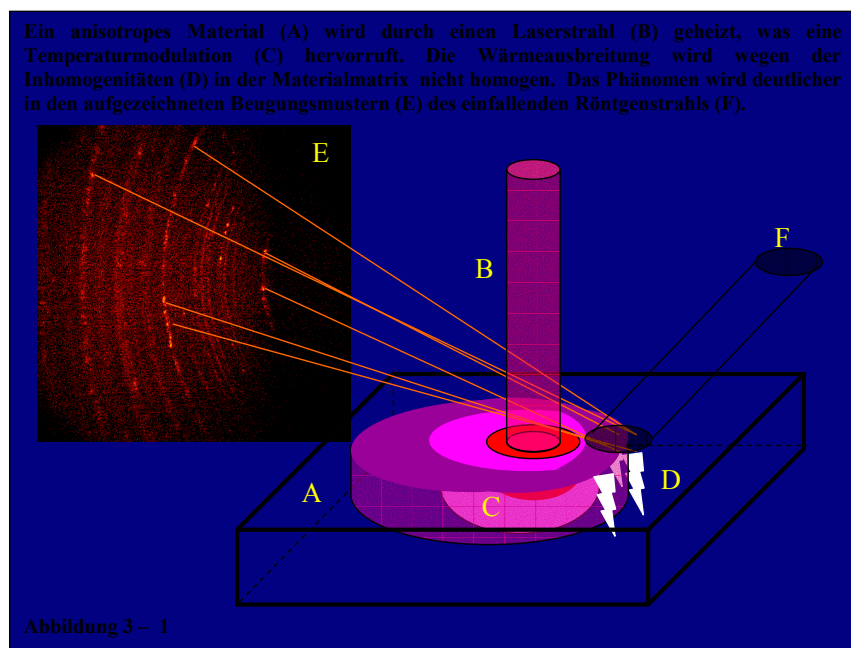
Diese limitierende Eigenschaft wird damit überbrückt, dass auf die Probenoberfläche eines anisotropen Materials gleichzeitig mit dem Röntgenstrahl ein infraroter Strahl kohärentes Lichtes gerichtet wird. Dort erfolgt eine Absorption dieser Strahlung im Stoff der Probe (Kapitel 6.2.1), die sich als eine lokale Erwärmung manifestiert, wonach eine Wärmefortpflanzung auftritt.

Die Wärmeleiter gewährleisten einen thermischen Leitungsprozess hauptsächlich durch die sich frei bewegenden Elektronen, die in deren ionischem Kristallgitter ein Elektronengas ausmachen [90-92]. Die Wärmeleitung in einem thermischen Isolator (aus dem die Proben bestehen), wird durch die Phononen [93] gewährleistet (Kapitel 6.2.1). Wenn der Wärmeinhalt eines Feststoffes als Energie seines Phononengases aufgefasst wird, so erfolgt dann die Wärmeleitung darin als Transportphänomen im Phononengas¹. Dabei wird ein Wärmetransportprozess im Phononengas durch die Anzahl der Teilchen, deren Geschwindigkeit und zur Verfügung stehende freie Weglängen gekennzeichnet. Das trifft ebenso für die Phononen zu. Deren freie Weglänge ist wiederum durch die Kristallitgröße des erhitzten Probenmaterials limitiert. Im Falle einer totalen Unterbrechung in der Kontinuität der Festsubstanz kann eine Wärmeleitung durch die Phononen nicht mehr gewährleistet werden.

Gerade auf diesem physikalischen Vorkommnis basiert die neue zerstörungsfreie Untersuchungsmethode. Beim Übergang von einem ‚Ufer‘ der Inhomogenität in der Materialmatrix zum anderen setzt ein anderer Energieumwandlungsprozess ein. Falls diese Verunreinigung materieller Natur ist und sich dazu noch aus einem leitenden Stoff zusammensetzt, dann wird die Wärmeleitung noch stärker unterstützt. Umgekehrt hemmt eine Inhomogenität im Materialinneren, die durch (einen stärkeren) Wärmeisolator ausgefüllt ist, die Wärmeübertragung. Für den Fall, dass die Verunreinigung keiner materiellen Natur ist, wird die Wärmeleitung durch einen anderen Transportmodus bewerkstelligt, der auf keiner tragenden Substanz der Energieausbreitung basiert. Jede Umwandlung von einer zu anderer Art der Wärmeübertragung spiegelt sich in der Energiebilanz des betrachtenden Systems negativ wider und stellt so betrachtet eine Wärmesenke dar. Die verminderte Energiemenge wird sich auf Grund des Temperaturgefälles in Form von Wärme weiter durch die Matrix des Materials fortpflanzen und letztendlich durch die unterschiedlichen Veränderungen in der Oberflächenstruktur bemerkbar machen.

¹ Generell betrachtet, kann die Wärmeenergie in einem Gas auf zwei Arten transportiert werden, zum einen als Zusatzenergie in einem strömenden Gas, das heißer als seine Umgebung ist, was im Falle eines Wärmeaustauschers zutrifft. Die zweite Art des Wärmetransportes ist die Energiediffusion in einem ruhenden Gas unter Aufrechterhaltung eines Temperaturgradienten. Nur diese zweite Art ist als Wärmeleitung anzusehen.

Befindet sich also nicht nur auf der Oberfläche, sondern auch in der Materialtiefe ein Defekt, ein Riss, eine Kavität (Abbildung 3–1), so wird diese(r) für die Wärmeausbreitung eine Varianz bedeuten. Dadurch wird auch die durch die Wärme bedingte Veränderung auf der Materialoberfläche unterschiedlich zum Untersuchungsergebnis im Falle eines intakten Materials sein. Diese thermisch bedingte Strukturänderung auf der Oberfläche, die durch die Inhomogenität in der Materialtiefe verursacht wurde, wird anschließend mittels Röntgenbeugungsuntersuchung dieser Objektoberfläche registriert.



In der Vorrichtung zur berührungsfreien und zerstörungsfreien Untersuchung, die H. Petry et al. [94] beschreiben, dient eine Strahlenquelle zur Erzeugung eines Strahls, der mittels eines Strahlteilers in einen Test- und ein Anregungsstrahl geteilt wird. Im Untersuchungsverfahren ist eine diffizile optische Lenk- und Sensorausrüstung notwendig. Um innerhalb einer schmalen Messtoleranz des Teststrahls zu bleiben, ist zur Überwachung des Signals, das von der Oberfläche des Prüflings zurückkommt, ferner ein zusätzlicher elektronischer Regel- und Steuerungskreis notwendig. Mit einer solchen Konstellation lässt sich eine Veränderung der

Intensität des thermischen Rückstrahls feststellen, um auf diese Weise eine präzise Aussage über den Zustand der Materie zu treffen.

Eine ähnliche Vorrichtung zur zerstörungsfreien Untersuchung stellen G. Busse et. al. [95] dar. Zur Überwachung des vom Hauptstrahl abgekoppelten Teststrahls ist dabei ein Fernrohr vorgesehen. Damit wird es einem menschlichen Benutzer erlaubt, den mit dem Strahl des sichtbaren Lichtes beaufschlagten Punkt des Prüflings zu überwachen. Auf diese (optische) Weise erfasste Information räumt die Möglichkeit ein, die aus der Rückseite des Prüflings heraustretende und über einem fokussierenden Spiegel zu einem Detektor geleitete Wärmestrahlung einem bestimmten Punkt des Prüflings zuzuordnen und dort schließlich den Zustand in der Materie zu erfassen.

Einen nicht minder großen Aufwand im Bereich der Präzisionsoptik betreibt ferner das fotothermische Mikroskop, beschrieben von D. R. Petts et. al. [96]. Die hier verwendete Messung stützt sich ebenfalls auf das Prinzip des gleichzeitigen Erfassens zweier Reflexionsbilder (eines einmal geteilten Strahles), eines thermischen (infraroten) und eines optischen (im für Menschen sichtbaren Bereich), wie es zwei veröffentlichte zerstörungsfreie Meßmethoden beschreiben. Dabei wird der Prüfling zuerst auf einen zum Strahleneinfall senkrecht stehenden X-Y-Bewegungstisch eingespannt. Während der Messung wird die Prüflingsoberfläche senkrecht zum einfallenden Strahl verschoben und gäbe es Veränderungen in der Materialstruktur, so machten sich diese in dem veränderten thermischen Rückstrahl bemerkbar.

Auch Windschuh et. al. [97] berichten – wie die Erfinder und Anwender der bereits erwähnten Methoden [95, 96] –, dass die zerstörungsfreie und berührungsfreie Prüfmethode neben dem festen Aggregatzustand des Prüflings auch die Absorptionsfähigkeit eines einfallenden infraroten Laserstrahls voraussetzt.

Bei der Einstellung der genannten fotothermischen zerstörungsfreien Prüfmethoden auf die zu prüfende Werkstoffoberfläche ist eine Fühlerjustierung notwendig, besonders bei der Verwendung von Lasern und anderen Quellen elektromagnetischer Wellen, die außerhalb des menschlichen Sichtbereichs liegen [95, 96].

Generell mussten die neu entworfenen Steuerungs- und Regelungskreise mit mehrkanaligen Analog-digital-Wandlern ausgestattet werden. Neben diesen wird nur ein abgekoppelter

Teststrahl streng durch die elektronischen Regelungs- und Steuerungskreis überwacht [94]. Die Leistung des Anregungsteils des Hauptstrahls bleibt ohne Kontrolle.

Mittels der Messausrüstung der erwähnten Methoden können zwar genaue Aussagen über den Materialzustand getroffen werden, aber diese Vorrichtungen reagieren empfindlich auf Umgebungseinflüsse und die Geometrie der Prüflinge würde ebenfalls die Messung indirekt beeinflussen.

Die Tatsache, dass sich eine zerstörungsfreie Prüfmethode, die in ihrer Messvorrichtung zwei getrennte elektromagnetische Quellen für jeweils einen Erregerstrahl und einen Untersuchungsstrahl [98] besitzt, als verlässlicher erweist, ergab eine zusätzliche Motivation zur Durchführung dieser Arbeit.

3.1 Durchführung von Experimenten

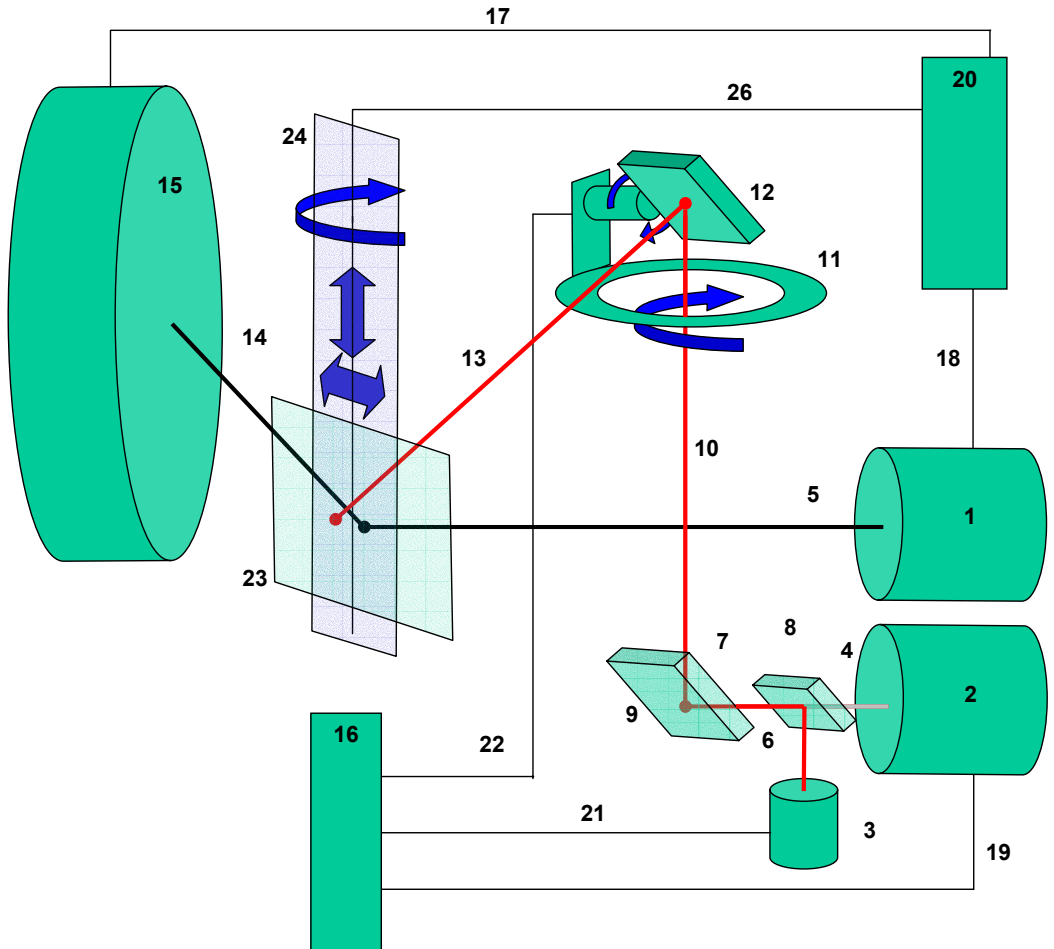
3.1.1 Die Methode

Die Vorrichtung zu einer neuen zerstörungsfreien Materialprüfung wurde konzipiert, wie es die Zeichnung in Abbildung 3.1.1–1 zeigt. Aus einer Röntgenstrahlquelle (1) wird ein Teststrahl (5) auf die Oberfläche des Prüflings (23) geschickt, der auf einer motorbetriebenen, translationsfähigen und um die vertikale Hauptachse (24) drehbaren Ebene eingespannt ist, die wiederum mit ihrer Hauptachse (24) senkrecht zum eintreffenden Röntgenstrahl steht. Dieser Verstellmechanismus ist über eine Datenleitung (26) mit der mikroelektronischen Kontroll- und Steuerungseinheit (20) verbunden; die Position wird von dort aus überwacht und eingestellt. Der gebeugte Teil des Röntgenstrahls wird als konstruktive Interferenz (14) in einem ortsempfindlichen Detektor (15) registriert. Die analogen Signale der Röntgenbeugung werden, von der Prüflingsoberfläche kommend, hier in digitale Signale umgewandelt und mittels einer Datenleitung (17) der Auswertungssoftware in der mikroelektronischen Kontroll- und Steuerungseinheit (20) zugänglich gemacht.

Über die Software dieser Einheit lässt sich der Röntgenstrahl steuern. Aus einer anderen Strahlenquelle (2) wird ein infraroter Teststrahl (4) über einen Spiegel (8) mit dem Kontrolllaserstrahl (6) sichtbaren Lichtes zusammengeführt. Dieser Spiegel (8) ist für das infrarote Licht transparent und für sichtbares Licht undurchlässig. Ein solcher

zusammengesetzter Strahl (7) wird durch einen Spiegel (9) um 90° abgelenkt (10) und zu einem um die eigene Achse schwenkbaren Spiegel geschickt. Dieser Spiegel (12) befindet sich auf einer Drehvorrichtung und bietet die Möglichkeit, den umgelenkten infraroten Anregungsstrahl (13) auf der gewünschten Stelle der Oberfläche des Prüflings (23) zu platzieren. Die Leistung und die Position des Anregungsstrahls werden durch die Software einer Kontroll- und Steuerungseinheit (16) überwacht. Nach der Absorption des Anregungsstrahls (13) auf der Oberfläche des Prüflings (23) wird eine Wärmewelle erzeugt und bei homogener Stoffverteilung wird eine homogene Wärmeverteilung erzielt. Durch die Detektion eines gebeugten Röntgenstrahls (14) wird eine lokale temperaturbedingte Oberflächenveränderung ebenfalls registriert. Trifft der Anregungsstrahl (13) nicht auf dem selben Ort auf wie der Teststrahl (5), so werden indirekt Inhomogenitäten, die sich zwischen zwei Einstrahlstellen befinden, entdeckt, da diese zwangsläufig auf die Wärmeausbreitung und Strukturveränderung an der Materialoberfläche Einfluss ausüben. Dies gilt nicht nur für die Inhomogenitäten auf der Oberfläche des Prüflings (23), sondern auch für die in der Materialtiefe befindlichen Defekte. Bei großen Abständen zwischen dem Auftreffpunkt des Anregungsstrahls (13) und des Teststrahls (5) wird bei der geringeren Wärmeleitung keine Veränderung des gebeugten Röntgenstrahls (14) im Detektor (15) registriert. Gleichmaßen beeinflusst die Dauer der thermischen Anregung der Prüflingsoberfläche (23) auch eine Veränderung im Beugungsbild. Somit muss eine geräte- und materialabhängige Optimierung vor einer Messung durchgeführt werden um so registrierbare Störungen auch in größeren Materialtiefen zu erfassen (Kapitel 4).

Abbildung 3.1.1 – 1: Die Methode der simultanen Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung zur zerstörungsfreien Inspektion von hitzebeständigen und im festen Aggregatzustand befindlichen Materialien



3.1.2 Die apparatetechnische Versuchsausstattung

3.1.2.1. Das GADDs®

Zur Untersuchung der neuen zerstörungsfreien Methode auf ihre Funktionalität und Aussagekraft gab es keinen apparatetechnischen Versuchsaufbau, auf den man zurückgreifen konnte. Deshalb mussten experimentelle Ausrüstungsteile zusammengefügt werden.

Zum Verzeichnen und Lokalisieren der Inhomogenitäten in der Materialmatrix der Proben, auf deren Oberfläche die Röntgenbeugung betrieben wurde, ist der Diffraktometer des Herstellers Bruker AXS® zur Anwendung gekommen. Es handelte sich um ein GADDs®-Gerät, das *General Area Detection Diffraction System*. Im Prinzip ist das ein Diffraktometer mit einem Multiwire-Flächendetektor [99, 100] (Abbildungen 3.1.2.1–1), der als Detektionsmechanismus der gebeugten Röntgenstrahlen eine Matrix von nah aneinander stehenden eingespannten Drähten hat, die in eine Gaszelle eingetaucht sind.



Abbildungen 3.1.2.1 – 1: Flächendetektor des GADDs®

Sie ist mit einer Mischung aus Edelgas und Methan gefüllt. Dies bezweckt, dass die ungewollt fortschreitende Ionisation unterdrückt wird bzw. im nachfolgenden Gasentladungsprozess eine Entionisation erzielt wird [99]. Dieser ortsempfindliche Detektor wird aus einer Ausleseeinheit mit Gleichspannung im Arbeitsbereich von 9 bis 12 kV gespeist.

Simultane Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung zur zerstörungsfreien Untersuchung von hitzebeständigen und im festen Aggregatzustand befindlichen Materialien

Die vordere Empfindlichkeitszone (Abbildung 3.1.2.1–2) des Flächendetektors, die in Ausbreitungsrichtung der gebeugten Strahlen aufgestellt wird, ist mit einem Berylliumfenster versehen, das zum Schutz des Experimentierpersonals mit einer speziellen Lackschicht bedeckt ist.

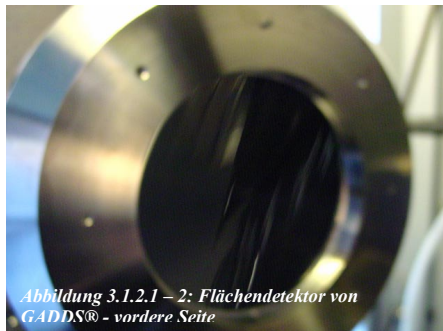


Abbildung 3.1.2.1 – 2: Flächendetektor von GADDs® - vordere Seite

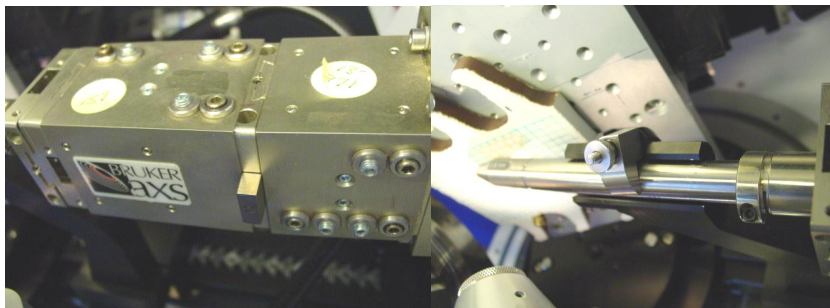
In der verwendeten Ausrüstungsform besaß das Gerät eine Siemens-Röntgenröhre des Typs *sealed tube* (Abbildungen 3.1.2.1–3) mit einer Kupferanode, die eine charakteristische Wellenlänge der Röntgenstrahlung von $\lambda=0,15418$ nm gewährleistete.



Abbildungen 3.1.2.1 – 3: Röntgenröhre des GADDs®

Sie wurde aus einem Siemens-Generator mit Hochgleichspannung versorgt (Kapitel 2.2, Kapitel 6.2.2). Das daran angeschlossene Kollimatorlabyrinth und der Kollimator (Abbildungen 3.1.2.1–4) monochromatisierten bzw. bündelten die Röntgenstrahlen zum Durchmesser von 0,8 mm.

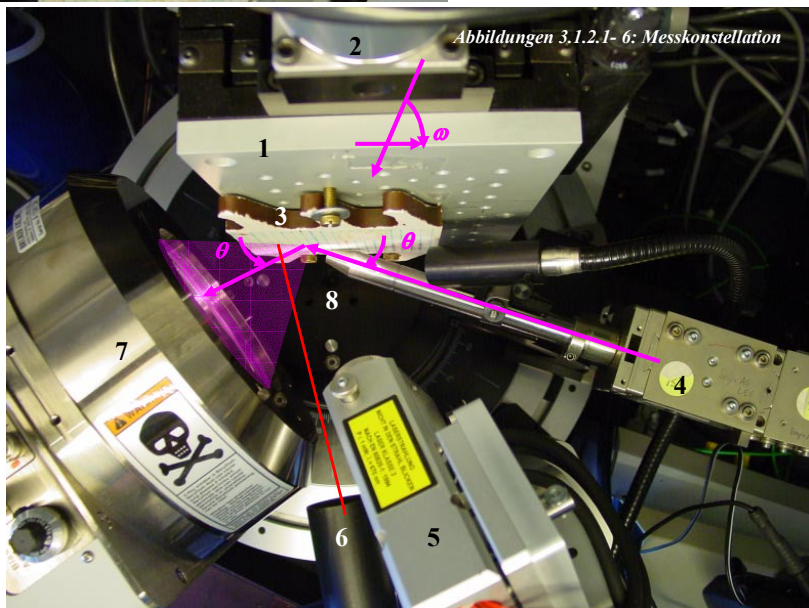
Abbildungen 3.1.2.1 – 4: Kollimator und Kollimatorlabyrinth



Abbildungen 3.1.2.1- 5: Objektträger und Positionsmotor



Das GADDS®-Gerät war mit einem Objektträger versehen (Abb. 3.1.2.1-5 Pos.1), der die Bewegungen in den X-Y-Z-Richtungen mittels eines software-gesteuerten Stellmotors erlaubte (Abb. 3.1.2.1-5, Pos. 2). Der Objektträger ermöglichte ebenfalls die Veränderung des ω -Winkel (Abb. 3.1.2.1-6). Obwohl die Einstellungen der Winkel χ und ϕ auf dieser Drehbühne (Abb. 3.1.2.1-6, Pos. 8) nicht möglich war ($\chi=90^\circ$, $\phi=0^\circ$), waren diese Einstellungsmöglichkeiten des Versuchsobjektes (Pos. 3, Abb. 3.1.2.1-5, -6) für eine Messkonstellation „ θ to θ' “ ausreichend.

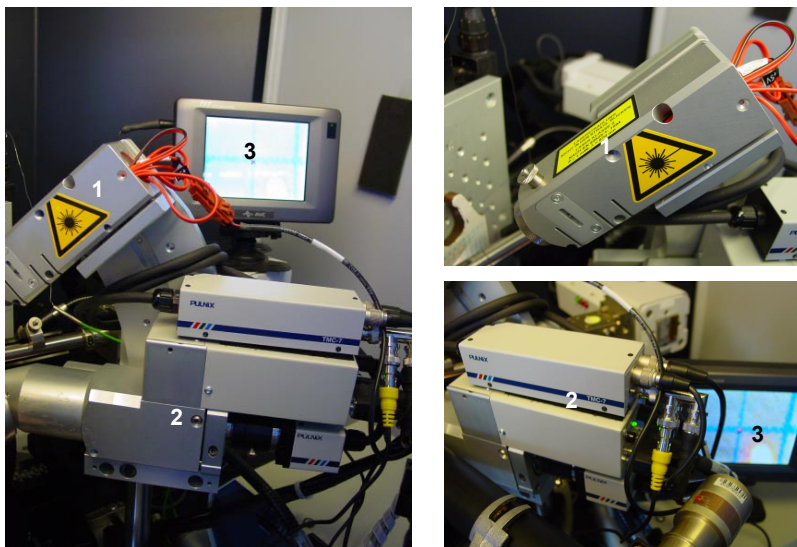


Abbildungen 3.1.2.1- 6: Messkonstellation

Abbildung 3.1.2.1-6: 1. Objektträger, 2. Stellmotor, 3. Untersuchungsobjekt, 4. Kollimatorlabyrinth mit Kollimator, 5. Videomonitoringsystem, 6. Laserstrahl-Schutzschild, 7. Flächendetektor, 8. Drehbühne, 9. Kaltlichtquelle

Zum Einstellen des gewünschten Untersuchungspunktes auf der Probe vor der Aufzeichnung der Beugungsretlexe, aber auch zum direkten Betrachten des Versuchfeldes, stand ein Videomonitoringsystem zur Verfügung, zusammengesetzt aus einem Laserpointer (Abbildungen 3.1.2.1-7, Pos. 1), einer Kamera mit Videoverstärker (Abbildungen 3.1.2.1-7, Pos. 2) und einem LCD-Bildschirm (Abbildungen 3.1.2.1-7, Pos. 3).

Abbildung 3.1.2.1 – 7: Monitoringsystem des GADDS®

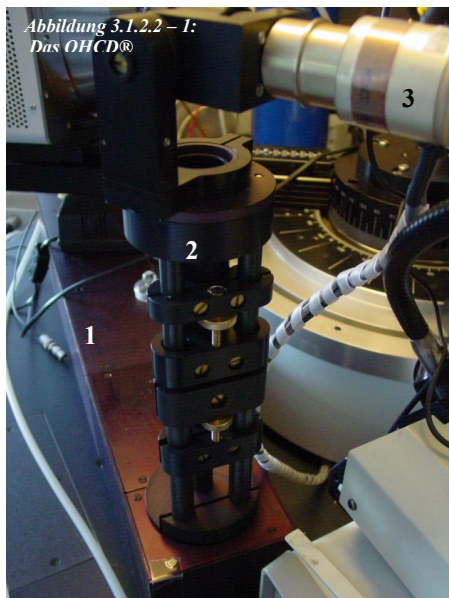


Steuerungstechnisch ist das GADDS® mit der gleichnamigen Software [100] ausgestattet. Damit lässt sich volle Kostellationsänderung und Probenpositionseinstellung bewerkstelligen. Diese Vorgänge ließen sich aber auch manuell beherrschen. Wie sonst bei jedem solchen Diffraktometer auch, war beim GADDS® die eigentliche Überwachung der Messung und die anschließende Auswertung des Aufgezeichneten mittels der erwähnten Software durchführbar.

3.1.2.2 Das OHCD®

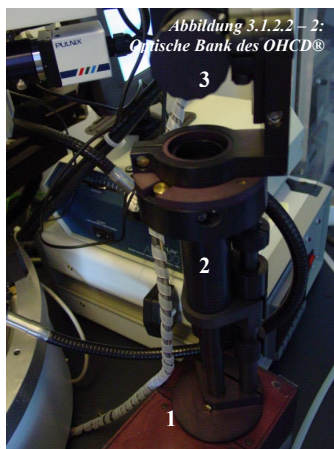
Der zweite Hauptteil der experimentellen Ausstattung zur Versuchsdurchführung ist die Vorrichtung zum optischen Heizen des Materials. Hier geht es um ein OHCD®-Gerät [101-103] (*Optical Heating and Crystallisation Device*), in dessen Schutzgehäuse (Abbildung 3.1.2.2-1, 3.1.2.2-2, Pos.1) ein CO₂-Laser der Firma Synrad (*Exel Technologies Europe*) vom

Typ „sealed-off laser“ untergebracht ist. Die Kavität des Lasers ist mit einer CO₂-Gasmischung (herstellerspezifisch) gefüllt [104].



Der CO₂-Laser wird aus einer externen Gleichspannungsquelle (30 V) gespeist, wobei die Kühlleistung durch einen Fernkreislauf von Diethylenglykol-Wasser gewährleistet wurde. Die Laser, bei denen die Kavität mit dem Kohlenstoffdioxid gefüllt ist, emittieren kohärente Strahlung mit einer Wellenlänge $\lambda = 10,6\mu\text{m}$ (Kapitel 2.3), die im elektromagnetischen Spektrum im Bereich des infraroten Lichtes angesiedelt ist. Obwohl der verwendete Laser eine genormte Leistung von 10 W hatte und nach den letzten Funktionstests des Herstellers diese 13,1 W betrug, wurden während der Versuche Laserleistungen

von 13,0 W registriert. Zur Verwendung solch einen Strahles zwecks punktueller Erwärmung der Probenoberfläche ist eine optische Bank notwendig (Pos. 2, Abbildung 3.1.2.2–1, 3.1.2.2–2), worin der Laserstrahl erst einmal um einen goldbedampften Spiegel um 90° umgelenkt wurde. Am obersten Ende der optischen Bank befand sich ein weiterer mit Gold bedampfter Lenkspiegel. Dieser wurde durch einen opto-galvanischen Stellmotor (Pos. 3 Abbildung 3.1.2.2–1, 3.1.2.2–2) in Schritten von 0,033° gesteuert und ermöglichte letztendlich die Ausrichtung des infraroten Strahles zur gewünschten Stelle auf der Materialoberfläche. Das OHCD® ist ebenfalls mit einem Softwarepaket ausgerüstet. Mittels dieses



Programms ist es möglich, die Leistung des Lasers sowie die Position seines Strahls über eine analog-digitale Schnittstelle im angeschlossenen Rechner zu steuern. Die Auswertungs- bzw.

Simultane Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung zur zerstörungsfreien Untersuchung von hitzebeständigen und im festen Aggregatzustand befindlichen Materialien

Kontrollsoftware für GADDS® und für OHCD® waren in unterschiedlichen Hardwaresystemen untergebracht, was als Folge die Verwendung zweier Überwachungsbildschirme nach sich zog, aber im Versuch bessere Überschaubarkeit erbrachte.

3.1.2.3 Inhomogenities Detection by Applying the X-Ray-Diffraction and Optical Heating (IDAXOH)

Getrennt von den elektronischen Überwachungs- und Steuerungseinheiten waren nun das OHCD® und das GADDS® in einer Konstellation (Abbildung 3.1.2.3–1) für simultane Anwendung von optischer Heizung und Röntgenbeugung als neue Versuchsstätte aufgebaut:

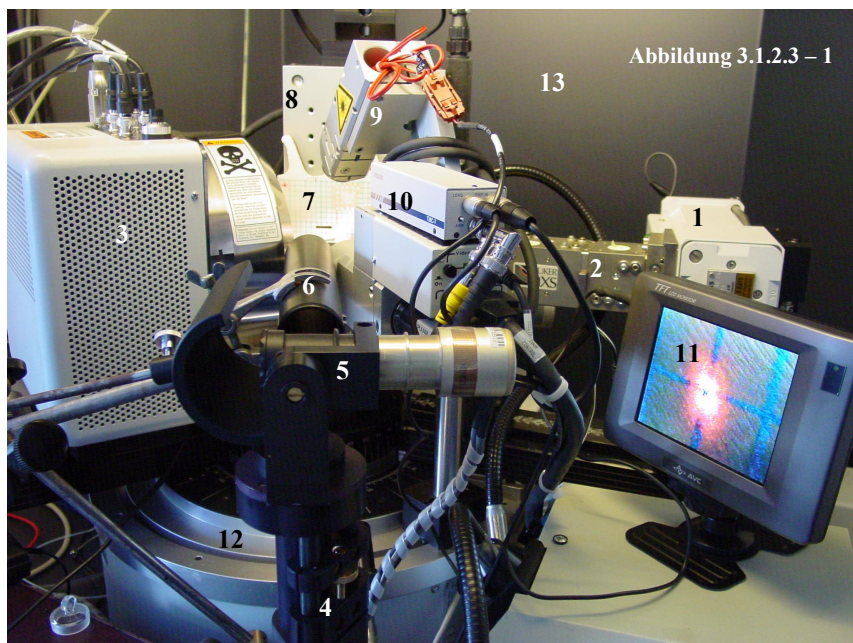
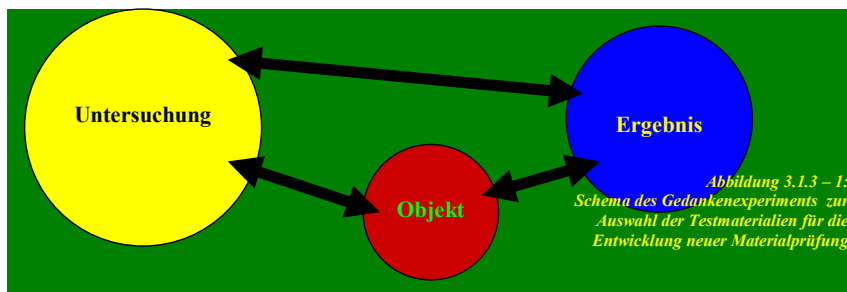


Abbildung 3.1.2.3–1: 1) Röntgenröhre, 2) Kollimatorlabyrinth, 3) Flachendetektor, 4) Optische Bank des OHCD® mit 5) Schrittmotor und 6) Laserstrahl-Schutzschild 7) Untersuchungsobjekt 8) Objektträger 9) Pilotlaser des Videomonitorsystem mit 10) Kamera und Bildverstärker und 11) LCD-Bildschirm 12) Drehbühne zur gewünschten Einstellung der Messanordnung. Der ganze apparatetechnische Versuchsaufbau ist im 13) Schutzschrank des GADDS® untergebracht worden.

3.1.3 Auswahl des Testmaterials. Präparierung von Proben

Bestrebung in den Versuchen war die Prüfung von Möglichkeiten der neuen Untersuchungsmethode zur Detektion von unteroberflächlichen Inhomogenitäten im Material. Deshalb war die Überlegung, die bei der Auswahl der Testmaterialien dominierte, beeinflusst durch einige wichtige Bedingungen. Da die zu entwickelnde Methode auf der Erzeugung des lokalen Temperaturgradienten basiert, musste das in den Experimenten zu verwendende Material zunächst hitzebeständig sein. Die Beschaffenheit des zu verwendenden Stoffes muss für die genutzte optische Heizung (IR-Laserstrahl) wenig transparent, d. h. möglichst im infraroten Bereich des elektromagnetischen Spektrums absorptionsfähig sein. Um überhaupt eine registrierbare wärmebedingte Veränderung hervorzurufen, sollte das Testmaterial ein geringes Maß an Temperaturwechselbeständigkeit [105] haben bzw. einen genügend ausgeprägten thermischen Ausdehnungskoeffizienten aufweisen. Die Wärmeleitung als Charakteristik des Materials sollte wiederum nicht zu ausgeprägt sein, weil sonst die Konsequenz einer Wärmezufuhr und der Effekt einer lokalen Strukturveränderung im Material rasch nachlassen würden. Zudem sollte die Materialstruktur isotrop sein. Die thermisch bedingten Erscheinungen auf der Oberfläche des Materials mussten letztendlich mittels der Röntgenbeugung erfassbar sein. Dies setzt voraus, dass in den Versuchen angewandte Materialien ein diskretes Röntgenbeugungsmuster vorweisen müssen.

Nach allen diesen Kriterien wurde eine Keramik ausgewählt die aus Albit-Optoklas-Mullit-Christoballit-Restquarz-Glasphase-Mischung erstellt wurde. Die Substanz [106] ist Bestandteil der elektrischen Freiluftisolatoren [107].



Prinzipiell müssen die Ergebnisse aus einem jeden Prüfverfahren strenge Kriterien einhalten. Deshalb ergibt das Gedankenexperiment (Abbildung 3.1.3–1) den Beschluss, dass sowohl die Versuchsobjekte und deren Eigenschaften als auch deren Anomalien (in einer Probe) bekannt sein müssen, um überhaupt die Funktionalität des noch unbekannten Verfahrens zu prüfen.

Als Versuchsobjekte sind zwei typische 1200 mm x 80 mm-Freiluft-Hochspannungsisolatoren des Herstellers Rheinisch-Westfälische Isolatorenwerke [107] ausgewählt worden. Beide Werkstücke wurden mit einem mit den Diamanten beschichteten Spezialtrennwerkzeug in zwei Hälften längs geschnitten um die bestehenden Anomalien im Material unversehrt zu lassen. Auf diese Weise konnte die Detektionsmöglichkeit der Querbeschädigungen des bereits benutzten Isolators (die auf Grund von Längsspannungen entstanden sind) mittels der neuen Methode bestens untersucht werden. Aus dem Mark der Isolatoren wurden Proben von 10 mm Dicke präpariert: einmal Proben des neuen Isolators und einmal die eines benutzten. Die Länge bzw. die Breite der so erstellten Proben war durch die Geometrie der Werkstücke mit beeinflusst (Isolatorenbreite 80 mm) und stieg selten über 100 mm (Isolatorflügel). Anschließend sind in die Matrix der Proben, die aus den neuen Isolatoren gewonnen wurden, Kavitäten künstlich eingefügt worden. Sie gingen bis kurz vor die Oberfläche (von der anderen Seite der Probe aus gesehen) und waren somit auf der Testoberfläche unsichtbar. Dem Gedankenexperiment (Abbildung 3.1.3–1) folgend musste die Probenvorbereitung auf diese invasive Art ausgeführt werden [108] um die neue zerstörungsfreie Materialprüfung auf ihre Tauglichkeit zu untersuchen (Abbildung 3.1.3–2).

Abbildung 3.1.3 – 2

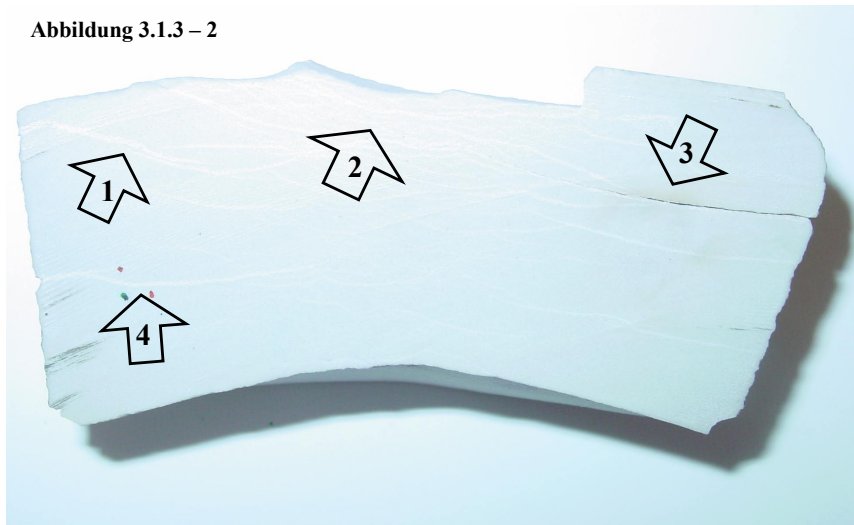
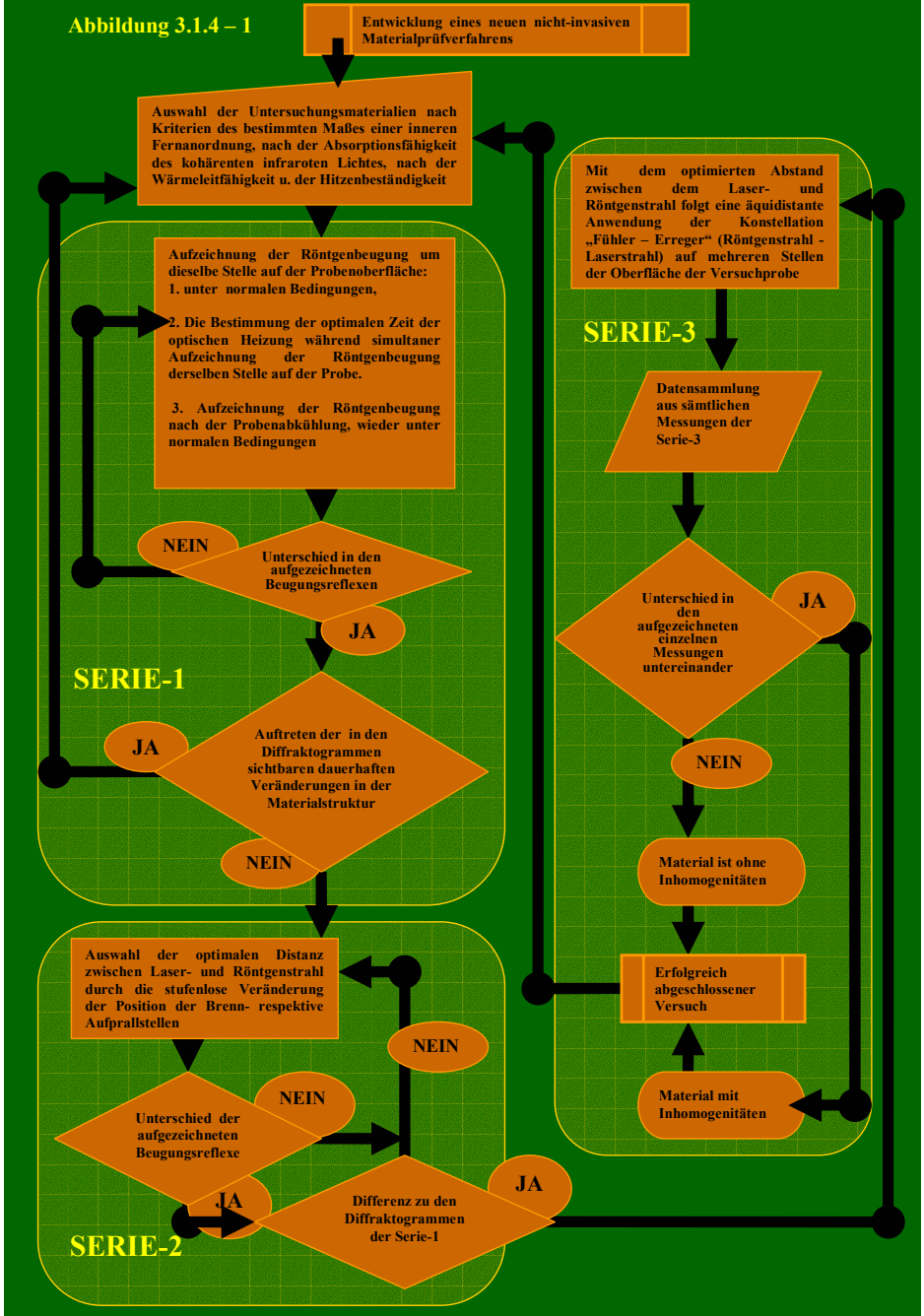


Abbildung 3.1.3 – 2: Aus dem „Kopf“ eines Tragisolators, der im Laborzugversuch bei 20 t Belastung den Kollaps erfuhr, ist diese Probe präpariert. Die Längsspannungen, die im Material dauerhafte Querfissuren hinterlassen haben (1, 2), wurden durch die Anwendung des Trennwerkzeuges zu richtigen Rissen (3). Eine Untersuchung des Querschadens (4) mit der neuen Methode ist gekennzeichnet worden.

Abbildung 3.1.4 – 1



***Die Kunst der Weisheit ist
die Kunst zu sehen, was man übersehen hat***

Harald Lesch

4. Resultate und Diskussion

4.1 Grundlagen zur Entwicklung der Methode

Nach dem vorgestellten Flussdiagramm (Abbildung 3.1.4–1) sind zur Feststellung der Funktionalität der neuen zerstörungsfreien Materialuntersuchung rund fünfhundert Versuche verwirklicht worden, während deren die physikalische Bedingungen, die Messanordnung und schließlich Materialbeschaffenheit verändert wurden. Die aufgezeichneten Röntgenbeugungsmuster aus den durchgeführten Experimenten bewiesen nochmals, dass das Material, das als Untersuchungsgegenstand verwendet wurde, keine vollkommene kristalline Eigenschaft hatte (Abbildung 4.1–1). Auf den Ausschnitten der Basiskreise der Laue-Kegel (Kapitel 2.2.1) sind wenige, klar definierte Punkte bemerkbar. Das bedeutet, dass in einer oder zwei der Raumrichtungen für die aufgezeichneten Beugungsmuster unter dem 2θ -Wert des Einfallswinkels von 36° , 40° , 43° und 53° die innere Anordnung der Substanz, aus der das Untersuchungsmaterial besteht, keine Fernordnung besitzt. Wiederum unter dem Doppelwert des Einfallswinkels 2θ , z. B. von 26° und 50° , sind die Debye-Scherrer-Ringe nicht völlig ausgefüllt, sondern haben einige diskrete Bereiche oder sogar geformte Beugungsreflexe, die wieder auf die begrenzte räumliche analytisch-geometrische Freiheit des Vektors S (Kapitel 2.2.1) der gebeugten Reflexe hindeuten und somit eine ferngeordnete Struktur aufweisen.

Abbildung 4.1–1: Ein typisches Röntgenbeugungsmuster der untersuchten Keramik. Hier: thermisch bedingte Oberflächenveränderungen bei einer Erreger-Fühler-Entfernung von 2,5 mm

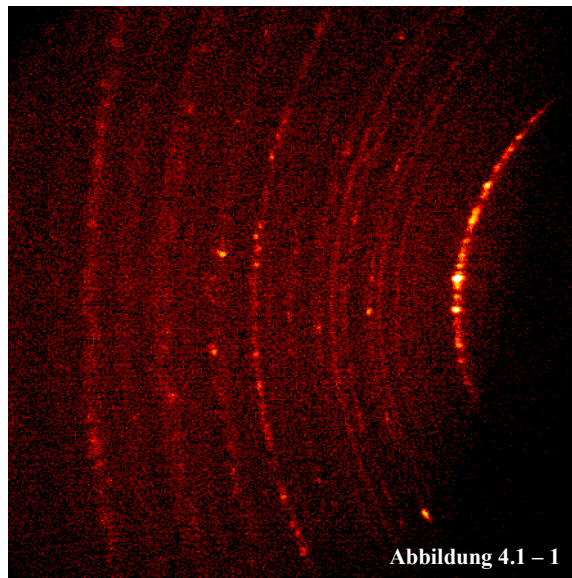


Abbildung 4.1 – 1

Daraus ist zu schließen, dass dieses Material in seiner Morphologie der von in die amorphe Matrix ‚eingetauchten‘ Kristalliten ähnelt. Trotz des großen Anteils der amorphen Struktur dieser Isolatorenkeramik [106], aus der die Versuchsobjekte bestehen (nur bis zu 15 % der Zusammensetzung der Substanz hat einen kristallinen Charakter), war es möglich, die Oberfläche dieser Proben mittels des Verfahrens der Röntgenbeugung zu erfassen. Die gewonnenen Beugungsmuster betrachtend können wir sagen, dass das Versuchsmaterial eine Morphologie mit einer bestehenden Orientierungsverteilung von Kristalliten [109] besitzt. Demzufolge wurde zum Zwecke der Auswertung von aufgezeichneten Daten eine analytische Software angewendet [85], die ringförmige Röntgenbeugungsmuster (Abbildung 4-1) integriert und die Beugungsintensitäten als eindimensionale Diagramme in Abhängigkeit vom Einfallswinkel als Pulverdiffraktogramme darstellt.

Die materialwissenschaftlichen Phänomene, die in den Versuchen während der optischen Heizung (und bei einer maximal erreichten durchschnittlichen Oberflächentemperatur von +850°C) beobachtet wurden, basieren auf der Vergrößerung von Gitterabständen in den einzelnen alumo-silikatischen Kristalliten bezüglich der Energiezufuhr (Abbildung 4.1–2).

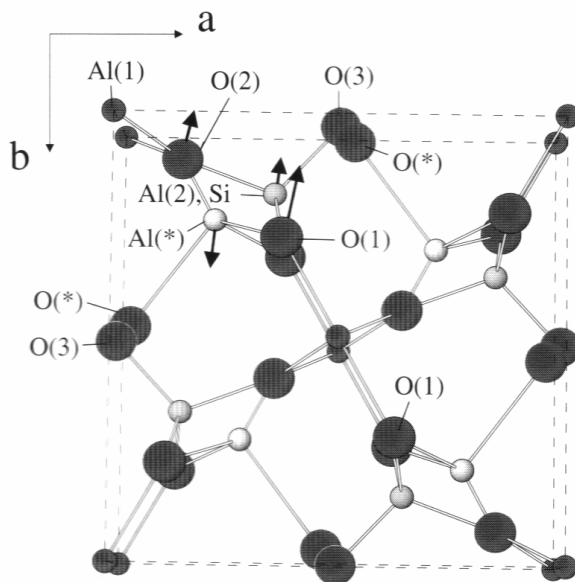


Abbildung 4.1–2: Einfluss der Wärmezufuhr auf die Kristallstruktur von 3:2 Mullit. Die Pfeile deuten die Hauptversetzungen während der Heizung an [73]

Da der Anteil an Restquarz (20 bis 30 %) der amorphen Glasphase angehört, trifft diese Behauptung dann insbesondere für Mullit [110, 111] zu, der keine Phasenumwandlung [112, 113], sondern lediglich eine Strukturänderung erfahren hat [73, 114, 115] (Abbildung 4.1–3).

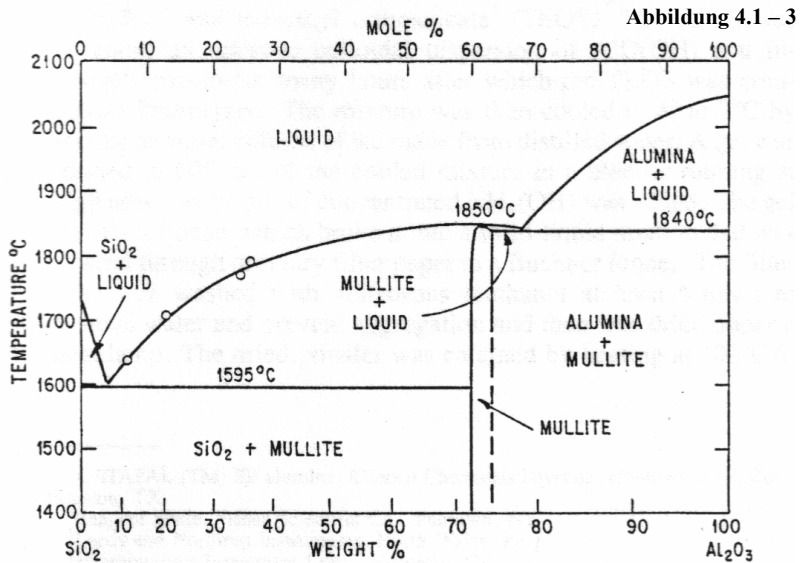


Abbildung 4.1 – 3: Phasendiagramm 3:2 Mullit

Dabei wanderten die Beugungsreflexe im Diffraktogramm in die Richtung kleinerer 2θ -Werte, weil das Reziprokgitter durch die Wärmezufuhr ‚geschrumpft‘ wurde. Durch die lokale Wärmezufuhr beginnen die Elementarteilchen des ionischen Gitters der Probensubstanz zu oszillieren. Dadurch kommt es zum Ausbreiten bzw. Verschmieren der Elektronenwolken, an denen sich die Röntgenbeugung ereignet. Eine Konsequenz daraus ist für alle Experimente die charakteristische Verminderung und Verbreiterung der Reflexintensitäten, die im Diffraktogrammbereich für die größeren 2θ -Werte verzeichnet worden ist (Abbildung 4.1–4).

Abbildung 4.1 – 4

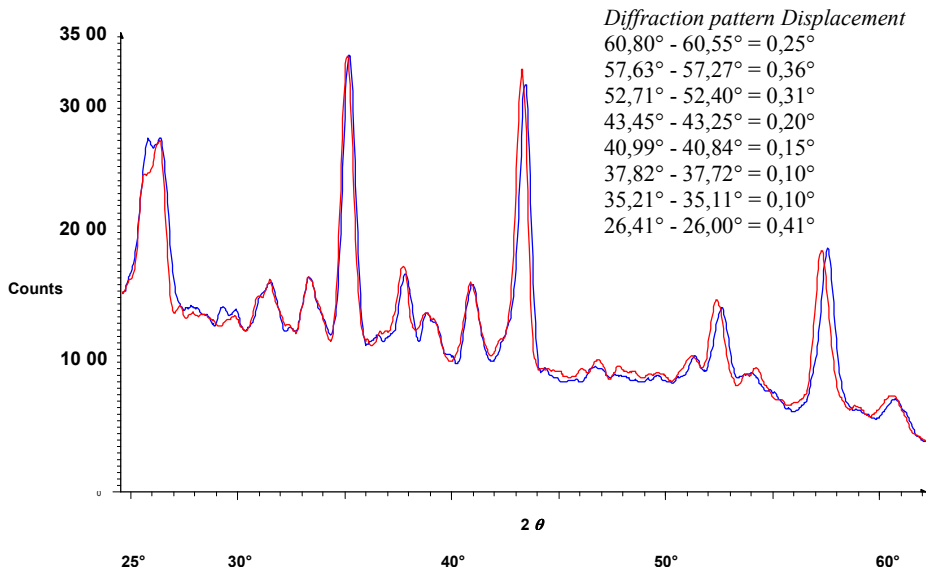


Abbildung 4.1–4: Vergleichsdiffraktogramm aufgezeichnet einmal unter den Raumbedingungen (blaue Linie) und einmal unter der Verwendung der optischen Heizung, bei einer Temperatur an der Probenoberfläche von ca. +850°C (rote Linie)

Die Ergebnisse der Versuche, die in dieser Arbeit aufgeführt sind, basieren prinzipiell auf den Gesetzmäßigkeiten der Hochtemperatur-Diffraktometrie. Die Änderung der Position der Wärmequelle auf der Probenoberfläche, während auf der gleichen Position simultan Röntgenbeugung betrieben wurde, ist allerdings ein neuer versuchstechnischer Ansatz [116, 117]. Die Resultate so ausgeführter Messungen lieferten letztendlich die Bestätigung der Tauglichkeit dieser neuen zerstörungsfreien Materialuntersuchungsmethode [1, 118]. Dazu boten die Experimente einiger Messkonstellationen unerwartete Ergebnisse, die in den wiederholten Versuchsschritten immer wieder mit gleicher Qualität nachgewiesen werden konnten. Diese Subexperimente, einmal für die Messroutine der neuen Methode gedacht, brachten keine verwendbaren Information und würden somit eine zukünftige Materialinspektion unbenutzbar machen. Zu dem pre-experimentellen Wirkungsrahmen, innerhalb dessen die neue Materialprüfung abgewickelt werden darf, ist somit diese limitierende Gegebenheit im Experiment selber ebenfalls im Betracht zu ziehen. Im Sinne der Erklärung und des Verständnisses dieser Phänomene wird durch eine wiederholte Betrachtung der Beugung an der Oberfläche einer untersuchten Probe in den konkreten Fällen in den Experimentserien eingegangen.

4.2. Eichung der Methode

4.2.1 Bestimmung der optimalen Dauer der optischen Heizung. Prüfung der zerstörungsfreien Qualität der Methode

Die Hauptstrategie für die Durchführung der Versuche ist durch die zu treffenden Entscheidungen über die Qualität der Methode und über ihre Anwendbarkeit für das ausgewählte Material mitbestimmt worden. Daher wurde die experimentelle Phase in drei Messserien unterteilt. Vorteil dieses experimentellen Vorgehens ist es, dass auch die zukünftige Untersuchungsmethode selber nach dem gleichen Ablauf angewendet werden kann [1]. In der ersten Experimentserie (Abbildung 4.2.1-1) wird zuerst ohne Wärmezufuhr (und unter Raumbedingungen) die Struktur der Probenoberfläche mittels der Röntgendiffraktionsmethode untersucht. Die anschließende Röntgenbeugung unter der simultanen Anwendung der optischen Heizung (auf derselben Stelle der Probenoberfläche) wird zeigen, wie ausgeprägt die Strukturveränderungen auftreten, die durch lokale Erwärmung hervorgerufen werden. Letztendlich wird nach der Abkühlung noch einmal Röntgenbeugung an derselben Stelle der Oberfläche betrieben. Die repräsentativen Daten der ausgewählten Versuche aus dieser

Serie (Kapitel 6.1), liefern zweierlei Ergebnisse: Es wurde die optimale Dauer der optischen Heizung ermittelt, nach der eine wärmebedingte, durch den Diffraktometer registrierbare Strukturänderung der Probenoberfläche stattfindet. Obwohl die thermisch bedingten Veränderungen der Probenoberflächen schon bei einer Dauer von 100 s stabil wurden

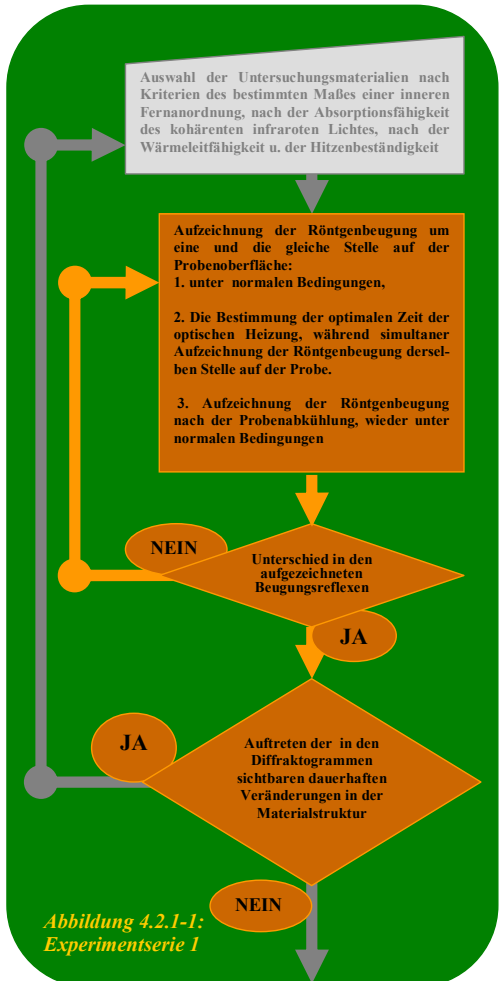
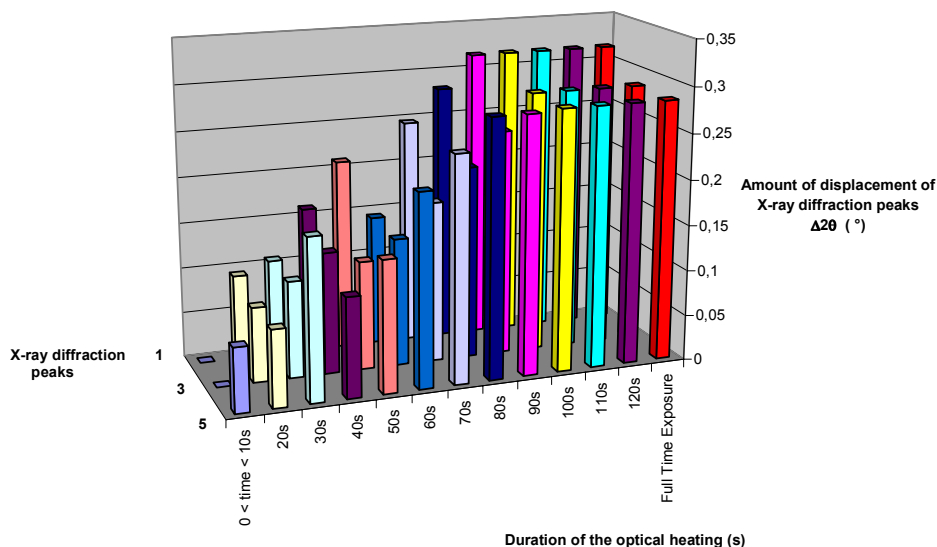


Abbildung 4.2.1-1:
Experimentserie 1

(Abbildung 4.2.1–2) wurde im Sinne der Sicherheit für die folgenden Messschritte die Dauer der lokalen Erwärmung auf 120 s gesetzt. Ferner bestätigten die Versuchsergebnisse die zerstörungsfreie Qualität der zukünftigen Untersuchungsmethode (Abbildungen 4.2.1–3, 4.2.1–4). Ein Vorteil der zur optischen Heizung angewandten Röntgenbeugung ist der Gewinn genauer Informationen über die Zusammensetzung der untersuchten Materialoberfläche. Somit besteht keine Notwendigkeit zum Einsatz eines zusätzlichen Materialanalyseverfahrens, dessen Ergebnisse die Aussagen über eine beschädigungsfreie Materialbehandlung untermauern oder auf eine dauerhafte Veränderung in der Werkstoffstruktur deuten würden.

Abbildung 4.2.1 – 2

Variable duration of optical heating while maximum laser-power



In Abbildung 4.2.1 – 2 sind die Resultate dargestellt, die durch unterschiedlich lange Dauer der optischen Heizung von 10 bis 120 s mit einer maximalen Laserleistung von 13,1 W entstanden sind. Die „X-ray diffraction peaks“ sind die Röntgenbeugungsreflexe für Werte von 2θ -Winkel und zwar die um 26° für „1“ bzw. um 43° für „3“ und um 53° für „5“ (die Beugungsreflexe um $2\theta = 40^\circ$ für „2“ und um 50° für „4“ sind hier nicht abgebildet worden). Die „Amount of displacement of X-ray diffraction peaks“ bedeuten eine Versetzung und/oder Verformung der einmal unter Raumbedingungen aufgezeichneten und hier dargestellten Beugungsreflexe, nachdem dieselbe untersuchte Stelle auf der Materialoberfläche geheizt wurde. Es ist offensichtlich, dass schon bei 100 s Heizungsdauer die Differenz der 2θ -Werte der Röntgenbeugungsreflexe, gewonnen aus der kalten und anschließend geheizten Oberflächenstelle, gegen Null strebte („Duration of optical heating“).

Abbildung 4.2.1 – 3

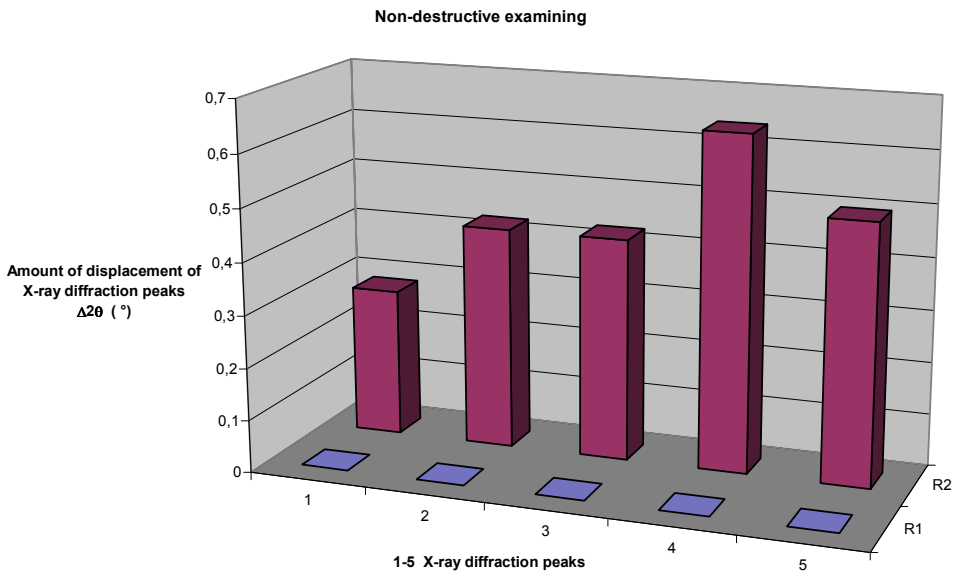


Abbildung 4.2.1–3: Die angewandte maximale Laserleistung (13,1 W) unter der vollen Dauer der optischen Heizung (120 s) zeigte Effekte im „Amount of displacement of X-ray diffraction peaks“. Hier entsprechen die erwähnte nummerierte Röntgenbeugungsmuster den nächsten Werten von 2θ –Beugungswinkel: „1“ um 26° , „2“ um 40° , „3“ um 43° , „4“ um 50° , „5“ um 53° . Hier ist die wärmebedingte Versetzungen der Beugungsreflexe „1-5 X-ray diffraction peaks“ abzulesen, deren Intensität durch die Säulen der Reihe R2 repräsentiert wird (COLD-HOT). Die Reihe R1 stellt die „Versetzungen“ der Beugungsreflexe der zwei auf der gleichen Oberflächenstelle und unter Raumtemperatur betriebenen Diffraktionsversuche dar (COLD-COLD), wobei der zweite „kalte“ Versuch nach einer optischen Heizung (und nach der anschließenden Abkühlung der Oberfläche) ausgeführt wurde. Die Ergebnisse aus der Messserie-1, die mit dem ausgewählten Material als Werkstoff für Freiluftisolatoren durchgeführt wurde, haben die zerstörungsfreie Eigenschaft dieser Methode untermauert.

Eine Bestätigung der schonenden Behandlung der Probe, an der die neue Methode keine dauerhaften Schäden hervorruft, liefert auch die Abbildung 4.2.1–4. In diesem Diffraktogramm werden aber auch die angekündigten Phänomene offensichtlich, wodurch die experimentalen messtechnischen Randbedingungen zustande kommen, die später erörtert werden.

Abbildung 4.2.1 – 4

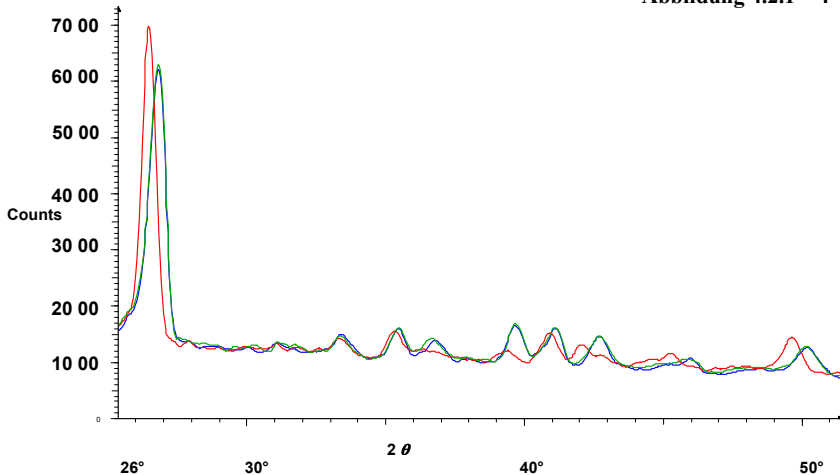


Abbildung 4.2.1–4: Vergleichsdiffraktogramm aufgezeichnet einmal unter den Raumtemperatur (blaue Linie) und einmal bei der Verwendung der optischen Heizung, wobei die Temperatur an der Probenoberfläche ca. +850°C war (rote Linie). Nach der Abkühlung der Versuchsprobe wurde anschließend, wieder unter den Raumbedingungen, ein Beugungsmuster aufgezeichnet (grüne Linie).

Ein Phänomen, das in der Hochtemperatur-Diffraktometrie noch nicht zuvor erwähnt wurde [116, 119, 120], wurde in der ersten und zweiten Experimentserie bemerkt. Bei einem simultanen Einsatz des kollimierten Röntgenstrahls und des IR-Laserstrahls kommt es während der Beugung zu den in der Hochtemperatur-Diffraktometrie bekannten Phänomenen². Entgegen der Erwartung aber, dass sich die Intensität der aufgezeichneten Reflexe während der Heizung verkleinern und Reflexe selber verbreitern müssten, waren sie

² Unter Wärmezufuhr vergrößern sich die Gitterabstände in dem durch die Röntgendiffraktion erfassten Kristallit. Das hier aufgezeichnete Diffraktogramm wird die Versetzung der Beugungsreflexe zu kleineren 2θ Werten aufzeigen. Zudem werden gar Verbreiterung und Verzweigung zu zwei oder zu mehreren Reflexen einiger, einst unter Raumtemperatur aufgezeichneten Beugungsreflexe sichtbar.

noch stärker ausgeprägt. Diese neue Erscheinung wurde nur während der Anwendung bestimmter Messkonstellation beobachtet und war von der Apertur unabhängig [116].

Nicht nur für die Bedeutung dieser Arbeit, sondern auch im Sinne der Korrektheit und Verlässlichkeit der neuen zerstörungsfreien Untersuchungsmethode, ist es von essenzieller Bedeutung, diese von anderen Versuchsergebnissen unterscheiden zu können.

Das zusätzliche Vorkommnis, wie die Ergebnisse der anderen Versuche selbst, beruht ebenfalls auf der Gesetzmäßigkeit der Beugung elektromagnetischer Wellen. Für eine Erklärung soll daher eine Reihe zweidimensionaler Beugungsskizzen einer Versuchsstelle auf der Probenoberfläche herangezogen werden (Abbildung 4.2.1–5, 4.2.1–6, 4.2.1–7, 4.2.1–8, 4.2.1–9, 4.2.1–10, 4.2.1–11, 4.2.1–12, 4.2.1–13). Hierdurch wird ersichtlich, inwiefern das zusätzliche Phänomen die Ergebnisse der ersten Experimentserie beeinflusste.

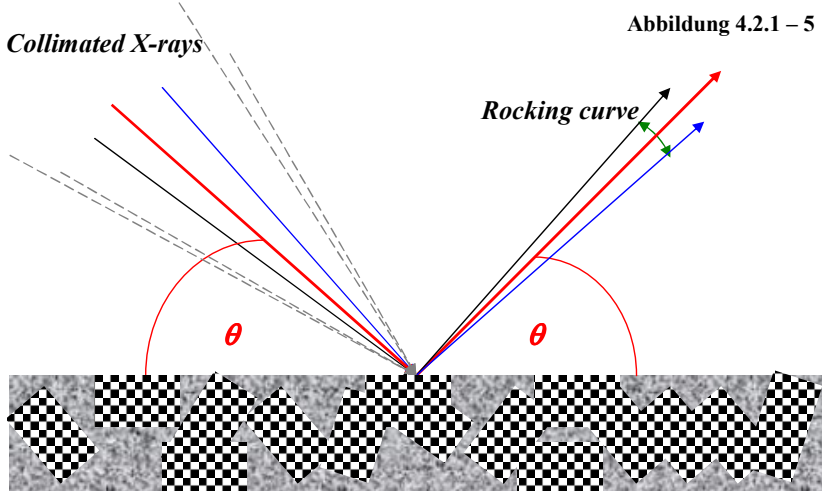


Abbildung 4.2.1–5: Die Röntgenstrahlung erreicht die Materialoberfläche fokussiert möglichst an einem Punkt, von dem Informationen durch die Diffraktionsmethode zu gewinnen sind [64, 88, 89]. Nur die Beugung bestimmter Strahlen aus dem kollimierten Bündel, die unter dem Einstrahlwinkel θ oder gerade noch unter diesem Winkel auf die Oberfläche einfallen, wird nach dem Bragg-Gesetz (Kapitel 6.2.1) zu konstruktiven Interferenz. Die restlichen Strahlen aus diesem Bündel entsprechen nicht den Bragg'schen Bedingungen.

Von diesem Idealfall unterschieden sich die Versuche dadurch, dass der Röntgenstrahl aus dem Kollimator nicht immer auf der Objektoberfläche fokussiert war. Ein Strahlbündel der zur Oberfläche gerichteten Röntgenstrahlung divergierte nach einer kurzen Distanz hinter der Kollimatoröffnung. Daher soll es die Bestrebung sein, den Fokus eines solchen

Röntgenstrahl genau an der Oberfläche des Objektes einzustellen. Allerdings ist es durchaus möglich, dass für eine eingestellte Konstellation der Experimentausrüstung und vorbereitete Messung ein idealer Fokus dieses Strahlbündels ungewollt nicht eingestellt wird. Hier sind dann grundsätzlich zwei Fälle zu differenzieren. In der ersten Versuchskonstellation (Abbildung 4.2.1–6) um den Zentralstrahl (θ) sind die restliche Röntgenstrahlen gebündelt, die nicht auf die Oberfläche fokussiert werden. Der Fokus kann dabei (gedacht) im Material liegen. Die zweite Situation, die auftreten kann, ist die, bei der der Fokus des kollimierten Strahlbündels bereits vor dem Erreichen der Oberfläche erzielt wird (Abbildung 4.2.1–7). In beiden Fällen wird in einem Flächenzähler nur der konstruktiv interferierende abgelenkte Strahl aufgezeichnet, dessen Einfallswinkel mit dem Kristallgitter an der Oberfläche unter dem Winkel steht, für den die Beugungsbedingung zur konstruktiven Interferenz gilt.

Abhängig von der Behandlung der primären Röntgenstrahlung im Kollimatorlabyrinth, kann der Röntgenstrahl zur Objektoberfläche als ein parallelisiertes Strahlbündel geschickt werden. In diesem Falle der einmal erreichte Einfallswinkel, wird für alle Strahlen des Bündels zur einen konstruktiven Interferenz abgelenkter Strahlen führen (Abbildung 4.2.1–8).

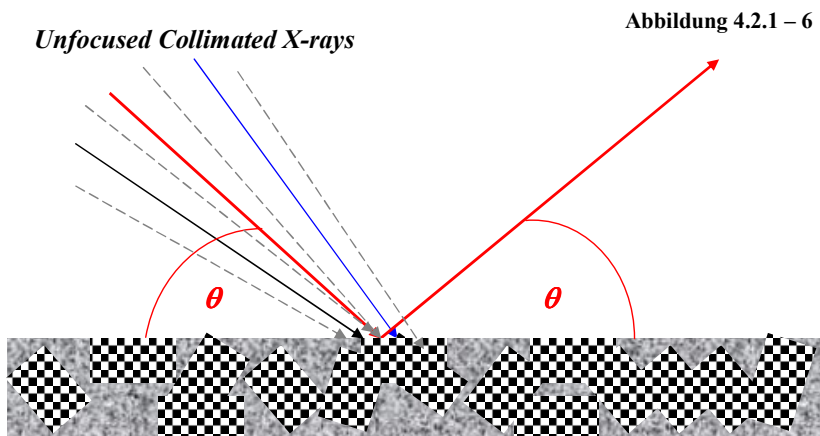


Abbildung 4.2.1–6: Obwohl der ideale Fokus der Röntgenstrahlung nicht an der Materialoberfläche erreicht wird, kommt es doch zur konstruktiven Interferenz. Die Beugungsreflexe in einem Flächendetektor (verglichen mit den Reflexen von vorher: Abbildung 4.2.1-5) werden nur von dem Strahl registriert, der unter einem Winkel zur Erfüllung des Bragg-Brentano-Beugungsphänomens auf die Oberfläche fällt.

Unfocused Collimated X-rays

Abbildung 4.2.1 – 7

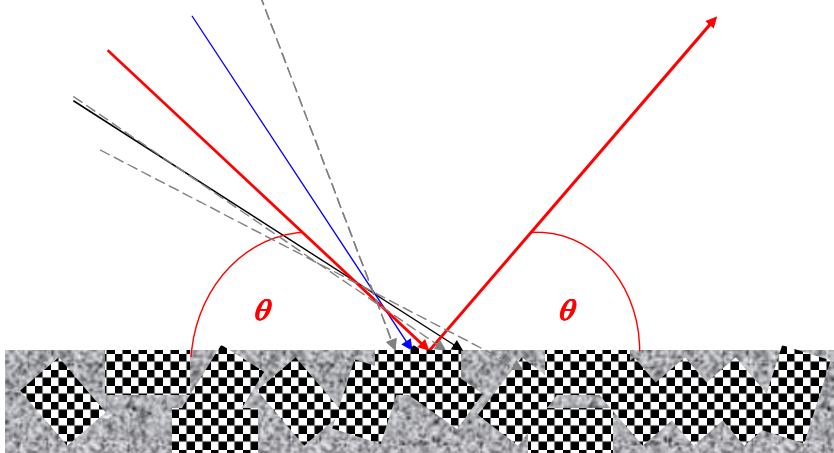


Abbildung 4.2.1–7: Falls der ideale Fokus des Strahlbündels vor dem Erreichen der Materialoberfläche erzielt wird, dann wird im Flächendetektor ebenfalls nur der abgebeugte und konstruktiv interferierende Strahl aufgezeichnet, der eine Bragg-Brentano-Bedingung [69, 121, 122] erfüllt. Das Signal einer solchen im Detektor aufgezeichneten Beugung ist, wie im anderen Fall des unfokussierten Strahles, zwar sehr scharf, besitzt aber recht wenig Intensität.

Parallelised collimated X-rays

Abbildung 4.2.1 – 8

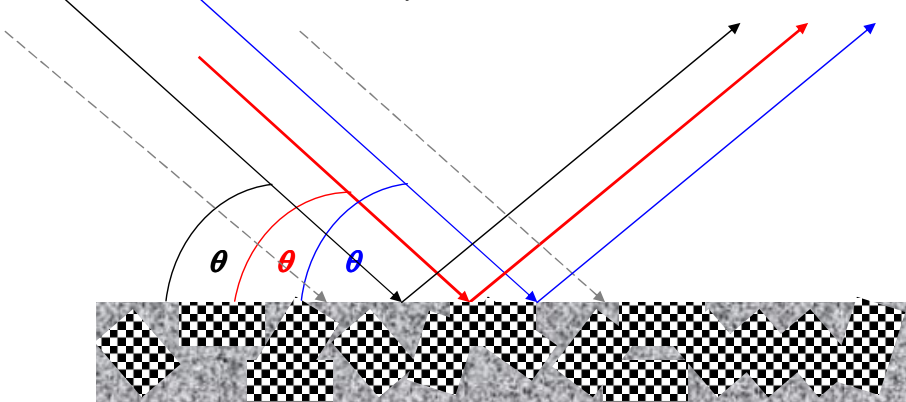


Abbildung 4.2.1–8: Im Falle des ideal parallelisierten Strahlbündels an der Materialoberfläche wird im Flächendetektor der abgebeugte und konstruktiv interferierende Strahl aufgezeichnet, der eine Bragg-Brentano-Bedingung [69, 121, 122] erfüllt. Das Signal einer solchen im Detektor aufgezeichneten Beugung ist etwas unscharf, besitzt aber relativ hohe Intensität.

Neben der Vergrößerung von Gitterabständen des durch die optische Heizung erfassten Kristallits ist eine resultierende makroskopische Erscheinung die Wölbung der Oberfläche an der geheizten Stelle, was die zusätzliche Änderung des Beugungswinkels und Beeinflussung der Qualität der Interferenz bedeutet. Die Rechnersimulation zusammen mit dem berechneten linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten ergab die Maßstabgetreue Skizze in der Abbildung 4.2.1–9, die eine stufenartige Verformung der Objektoberfläche wider gibt, die wiederum in eine Wölbung extrapoliert wird.

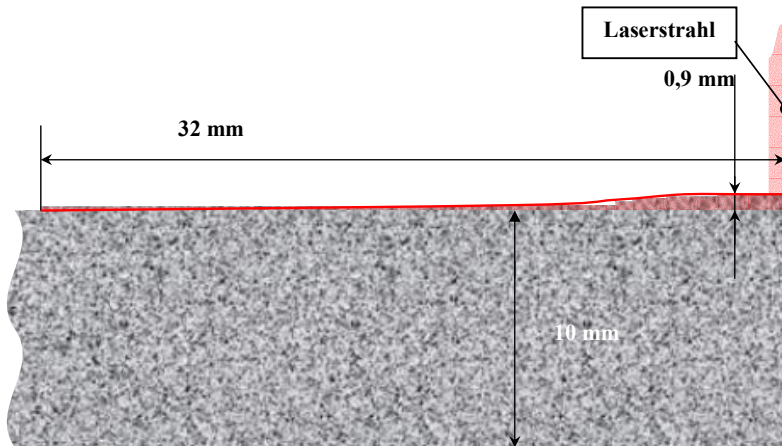


Abbildung 4.2.1 – 9: Eine 5:1 Skizze des Materialquerschnitts; die rötliche Teile der Oberfläche aufgewölbt durch die optische Heizung und einen durchschnittlichen Ausdehnungskoeffizienten von $0,9\mu\text{m/K}$

Nun betrachten wir den Fall, wenn ein idealer Fokus des Strahlbündels gerade im Zentrum der Materialwölbung liegt. Eine geometrische Analyse zeigt, dass sich im Falle einer gekrümmten Fläche, an der die ideal fokussierten Röntgenstrahlen gebeugt werden (Abbildung 4.2.1–10), die kleiner werdende Einfallswinkeltoleranz als eine Aussonderung der abgebeugten Strahlen auswirkt, die zu einer konstruktiven Interferenz tendieren („rocking curve“). In einer für den Beugungsversuch eingestellten Anordnung kommt vor, dass ein Strahlbündel nicht den Fokus an die Objektoberfläche hat (Abb. 4.2.1–11), sondern dass die kollimierten Röntgenstrahlen vor dem Erreichen des Materials fokussiert werden. Das zur gewölbten Oberfläche gerichtete Röntgenstrahlbündel kann auch parallelisiert sein (Abb. 4.2.1–12). Jeder der einzelnen Strahlen aus dem unfokussierten Bündel trifft dann die Oberfläche in einem bestimmten Winkel. Der zentrale Strahl (rot) erfährt sonst um die Ebene der unerhitzten und unverformten (planen) Oberfläche eine Bragg-Brentano-Beugung. Hier wird dieser zentral einfallende Strahl unter dem (für die konstruktive Interferenz benötigten) Winkel θ mit der Tangente an der Wölbung im Punkt des Einfalls nach der Beugung auch konstruktiv interferieren.

Abbildungen 4.2.1-10, 4.2.1-11: Die Einfallswinkel anderer Strahlen aus dem Bündel sind dann wegen der unterschiedlichen Lage der zugehörigen Tangenten an der Wölbung der zugehörigen Einfallspunkte unterschiedlich. In beiden erwähnten Fällen treffen diese Einfallswinkel keine Bedingung für eine konstruktive Interferenz des abgelenkten Strahles.

Abbildung 4.2.1 – 10

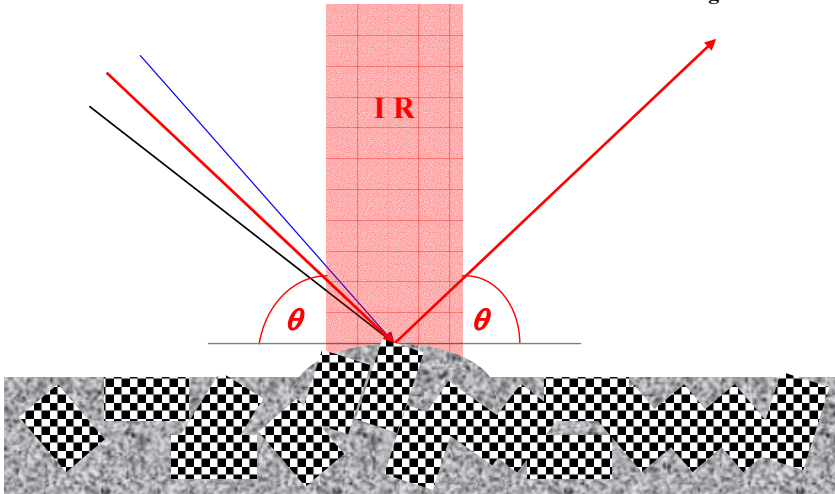


Abbildung 4.2.1 – 11

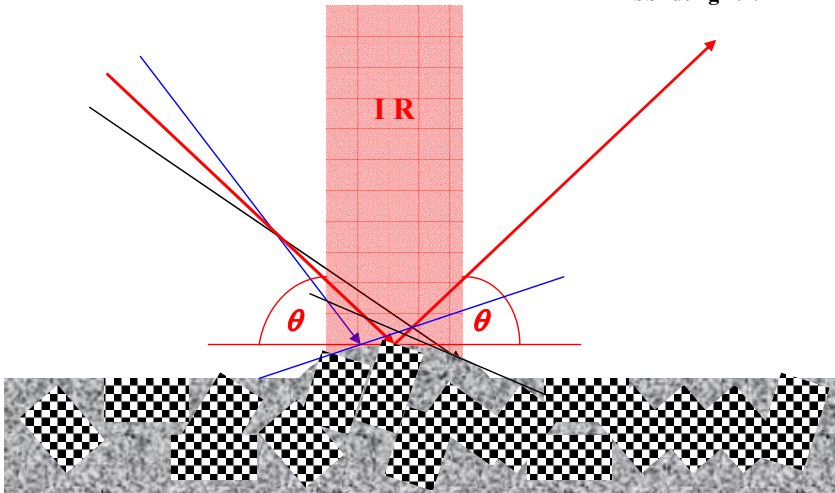


Abbildung 4.2.1 – 12

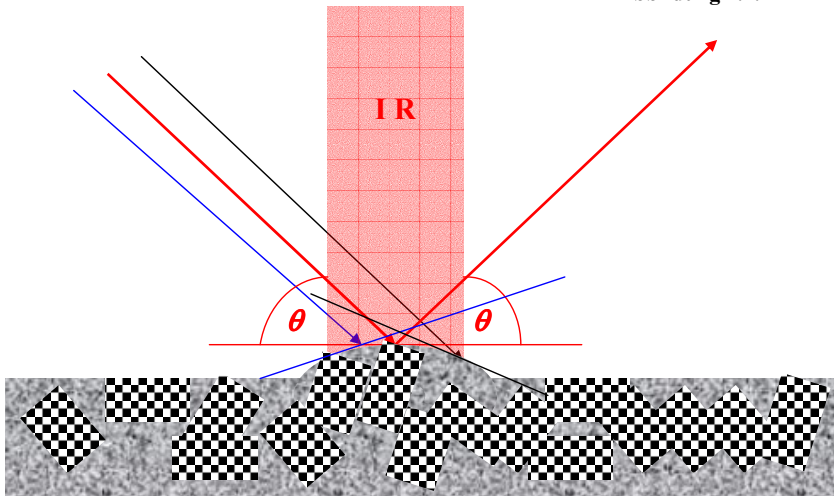


Abbildung 4.2.1-12: Auch bei einem parallelisierten Strahlbündel sind die Einfallswinkel anderer Strahlen aus dem Bündel wegen der unterschiedlichen Lage der zugehörigen Tangenten an der Wölbung der zugehörigen Einfallpunkte unterschiedlich. In dem hier gezeigten Fall treffen diese Einfallswinkel keine Bedingung für eine konstruktive Interferenz des abgelenkten Strahles.

Ein Unterschied tritt auf, falls die aus dem Kollimator austretenden Strahlen nicht vor der Materialoberfläche, sondern gedacht in der Materialtiefe fokussieren (Abbildung 4.2.1–13). Abhängig von der Krümmung der Wölbung der geheizten Oberfläche und schließlich abhängig von dem Beugungswinkel θ , kommen auch die gebeugten Strahlen zur konstruktiven Interferenz, die im Falle einer Beugung um eine plane Oberfläche ausgelöscht würden. Ergebnis ist eine aufgezeichnete Verstärkung des abgebeugten Signals im Flächendetektor und gar das ‚Erzeugen‘ einiger zuvor noch nicht beobachteter Beugungsreflexe (Abbildung 4.2.1–14).

Abbildung 4.2.1 – 13

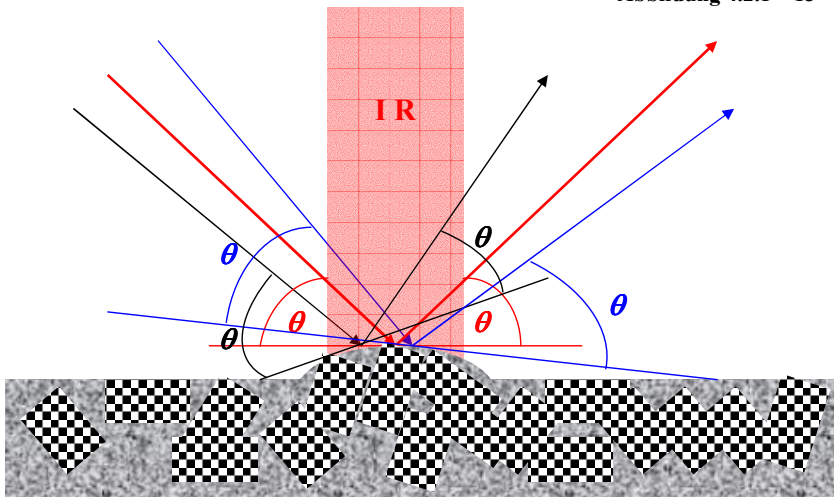


Abbildung 4.2.1–13: Skizze einer möglichen Situation auf einer geheizten Versuchsstelle der Probe. Die geometrischen Analysen haben ergeben, dass die abgebeugten Röntgenstrahlen aus einem kollimierten Bündel nur dann konstruktiv interferieren, falls auch der **zentrale** Strahl in der Mitte oder gerade noch in der Mitte der Wölbung einfällt.

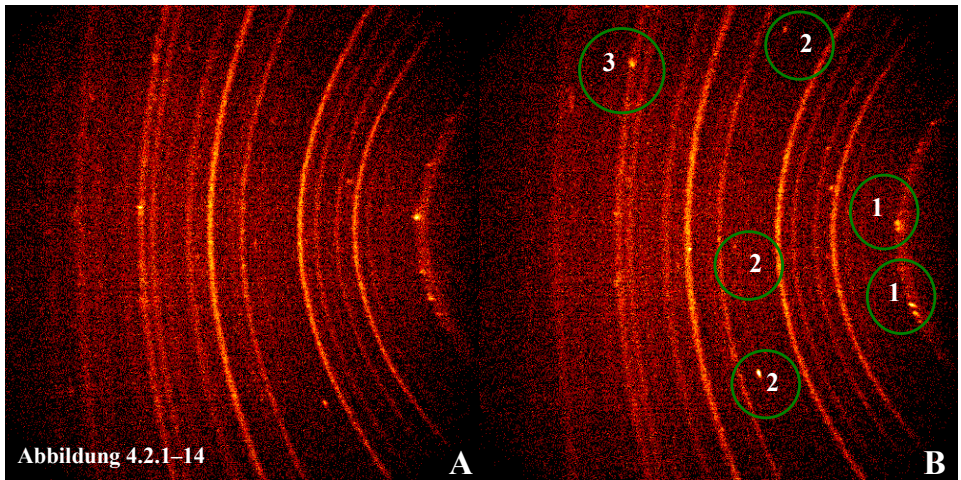


Abbildung 4.2.1-14: Die Röntgendiffraktion, betrieben an einer Stelle der Probe unter Raumbedingungen (A) und an der identischen Stelle, die simultan zur Röntgenbeugung geheizt wurde (B). Das bereits erklärte Phänomen der Beugung um eine gewölbte Oberfläche eines unfokussierten Strahlbündels ist bei den Reflexen „3“ und besonders bei Reflexen „2“ sehr ausgeprägt. Beim Reflex „1“ beobachten wir eine Verzweigung des Beugungsreflexes, was wiederum auf die thermisch bedingte Orientierungsverteilung hindeutet.

Abbildung 4.2.1-15: In einigen Versuchen aller drei Experimentserien wurde der Kollimator zwangsläufig sehr nah an dem Untersuchungsobjekt positioniert. Die geometrische Anordnung der Beugung war so, wie sie sonst in den Abbildungen 4.2.1-6, 4.2.1-13 präsentiert ist. Hier: das Detektieren einer künstlich zugefügten unteroberflächlichen Kavität.

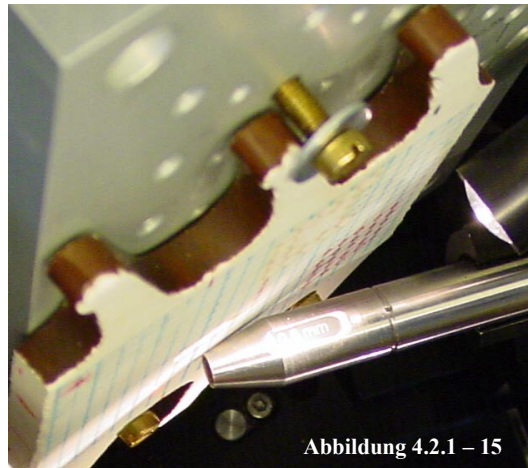
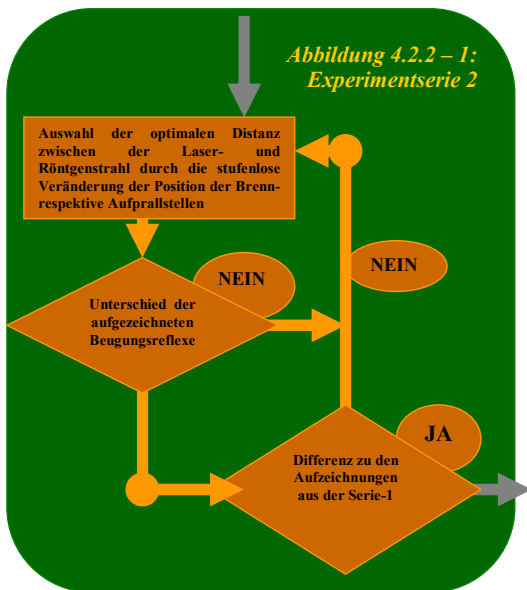


Abbildung 4.2.1 – 15

4.2.2 Ermittlung des optimalen Abstands zwischen dem Laser- und Röntgenstrahl auf der Objektoberfläche

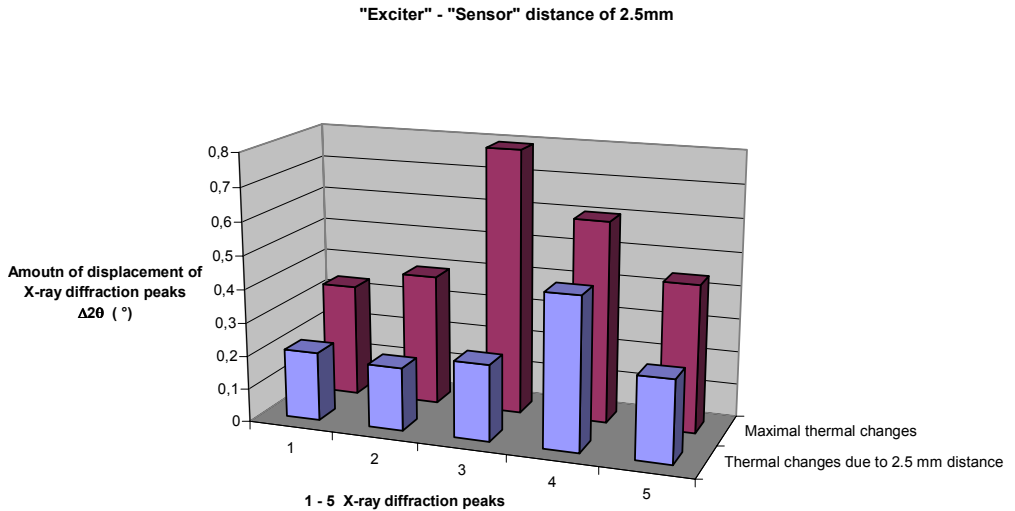
Mit einer ermittelten optimierten Dauer der optischen Heizung wird in der Experimenterserie-2 ein optimaler Abstand zwischen dem (‚Erreger‘) Laserstrahl- und dem (‚Fühler‘) Röntgenstrahl-Fokus auf der Objektoberfläche gesucht.

Die Größe dieses Abstands ist für die neue zerstörungsfreie Untersuchungsmethode sehr wichtig, da sie entscheidend die Größe der detektierbaren (eventuell vorhandenen) Inhomogenitäten mitbestimmt. In einen zu großen Abstand vom Fühler gesetzt, würde der Erreger keine relevante thermisch bedingte Veränderungen der Oberflächenstruktur hervorrufen, die durch die Röntgenbeugung detektierbar wären. Andererseits würde eine gänzlich minimierte Größe des Erreger-Fühler-Abstandes ständig starke Strukturveränderungen auf der Materialoberfläche hervorrufen, die anschließend durch die Diffraktionsmethode aufspürbar wären, aber dies ergäbe ein Signal, das für den Zweck der Materialinspektion unbrauchbar ist. Durch das Festlegen dieser Größe bekommt die Methode (das Referenzsystem) also einen Maßstab, der bestimmt die Größe der Materialdefekte, die lokalisiert werden.



Für das verwendete Material, die Mullit-Christoballit-Restquarz-Glasphase-Mischkeramik, ist eine Distanz zwischen den Laser- und Röntgenstrahl auf der Materialoberfläche von 2,5 mm als optimale Größe beurteilt worden. Aus den repräsentativen Versuchergebnissen dieser Serie (Kapitel 6.1) wurden die Daten in den Diagrammen von Abbildung 4.2.2–2 dargestellt. Sowohl die Feststellung einer zerstörungsfreien Behandlung des zu untersuchenden Materials und die Bestimmung der optimalen Dauer der optischen Heizung als auch die Ermittlung einer optimalen Distanz zwischen dem ‚Erreger‘ und dem ‚Fühler‘ (Experimentserie-1 und Experimentserie-2) sind für diese Detektionsmethode wichtige Bestimmungsgrößen. Daher sind vor jeder neuen Behandlung des zu untersuchenden Materials diese Schritte zu wiederholen, wenn eine zerstörungsfreie Detektion durchzuführen ist.

Abbildung 4.2.2 – 2



In Abbildung 4.2.2 – 2 sind die Unterschiede in den aufgezeichneten thermisch bedingten Versetzungen der Beugungsreflexe im Diffraktogramm der untersuchten Isolatorenkeramik dargestellt worden. Um die Wirkung einer gewählten Distanz zwischen dem Erreger und Fühler deutlicher zu machen („Amount of displacement amount of X-ray diffraction peaks“) wurden die Resultate dieser Experimente („Thermal changes due to 2.5mm distance“) mit den aufgezeichneten maximalen wärmebedingten Änderungen in der Oberflächenstruktur verglichen [123] („Maximal thermal changes“). Für alle fünf Beugungsreflexe zeigt sich ein bemerkbarer Unterschied „1-5 X-ray diffraction peaks“.

Abbildung 4.2.2 – 3

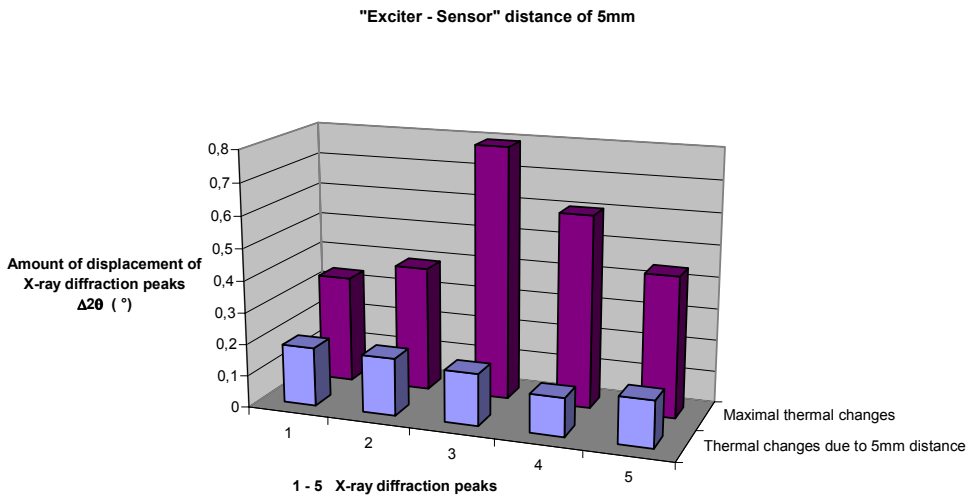


Abbildung 4.2.2 – 3:

Auch hier sind die Unterschiede in den aufgezeichneten thermisch bedingten Versetzungen der Beugungsreflexe im Diffraktogramm dargestellt worden. Um die Wirkung einer diesmal gewählten 5-mm-Distanz zwischen dem 'Erreger' und 'Fühler' zum Ausdruck zu bringen („Amount of displacement of X-ray diffraction peaks“) wurden diese Versuchsergebnisse („Thermal changes due to 5mm distance“) neben den vorhin aufgezeichneten maximalen wärmebedingten Änderungen in der Oberflächenstruktur notiert („Maximal thermal changes“). Für die betrachteten fünf Beugungsreflexe („1-5 X-ray diffraction peaks“) zeigt sich auch hier ein merkbarer Unterschied.

Bei der Auswahl der optimalen Größe der Distanz zwischen Laser- und Röntgenstrahl auf der Oberfläche wurde auch deren Position zueinander in einigen Messkonstellationen variiert. So wurden vier Positionen als die offensichtlich einfachsten getestet (Abbildung 4.2.2–4). Dabei stieß man auf eine augenscheinlich unerklärbare Erscheinung, die aufgrund einer nicht korrekt justierten Ablenkeinheit im Kollimatorlabyrinth („Göbelspiegel“, „Monelspiegel“) auftrat und deren gleich bleibende Qualität in den Versuchen immer wieder nachgewiesen werden konnte.

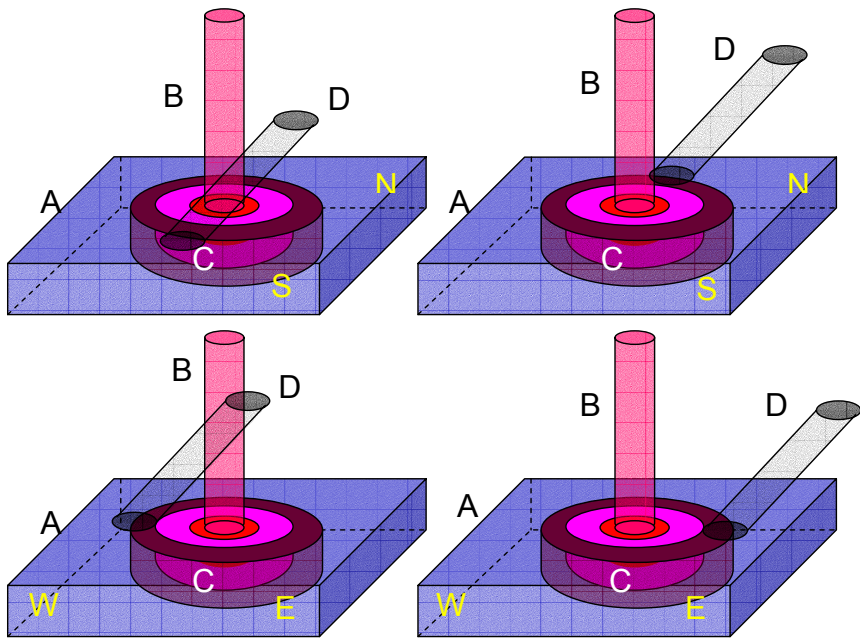


Abbildung 4.2.2 – 4: Die Skizzenreihe zeigt die Oberfläche der Probe (A) um den Laserstrahl (B) und das ausgebildete Temperaturfeld (C), die mittels der Beugungsmethode des kollimierten Röntgenstrahlbündels (D) untersucht wird.

Bei der Nutzung der Konstellation *West-East* (Abbildung 4.2.2–4), bei der nach einer optimalen Fühler-Erreger-Distanz gesucht wurde, werden nämlich trotz der identischen Entfernung zwischen dem Laser- und Röntgenstrahl auf der Oberfläche eines intakten Materialstücks unterschiedliche Beugungsmuster für die ‚östliche‘ und für die ‚westliche‘ Stellung aufgezeichnet (Abbildung 4.2.2–5). Diese Diskrepanzen konnten auf keinen Fall durch die Beschaffenheit des Probenmaterials hervorgerufen werden.

Abbildung 4.2.2 – 5

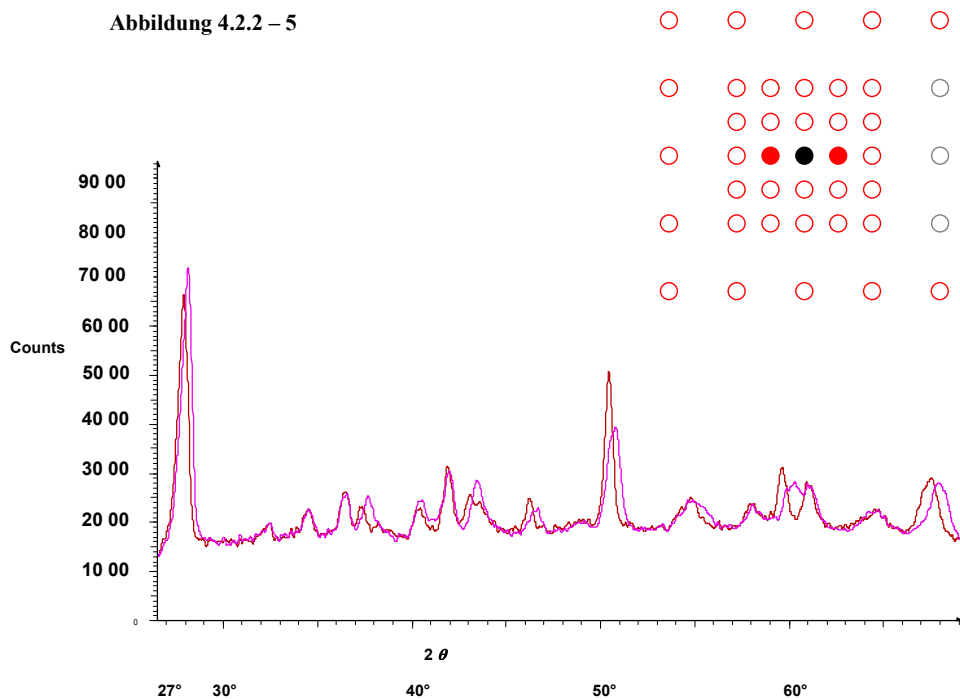


Abbildung 4.2.2–5: Das Schema auf dem Diffraktogramm (oben, rechts) zeigt die Stellen der geplanten optischen Heizung (leere rote Punkte) und die Stellen der aktuellen optischen Heizung (volle rote Punkte). Die kleineren Distanzen von der Stelle, um die die Röntgenbeugung betrieben wird (schwarzer Punkt), bedeuten 2,5 mm Abstand und die großen Distanzen 5 mm Abstand. Diffraktogramm zeigt die aufgezeichneten Beugungsreflexe zweier äquidistanter Untersuchungen; einmal von der östlichen (braunes Diffraktogramm) und einmal von der westlichen Seite der Stelle (violettes Diffraktogramm), die durch die Beugungsmethode erfasst wurden.

Diese Unterschiede der registrierten Reflexe verschwanden wieder, als die *North-South*-Messanordnung angewendet wurde (Abbildung 4.2.2–6) und die Materialinspektion konnte ungehindert abgewickelt werden.

Abbildung 4.2.2 – 6

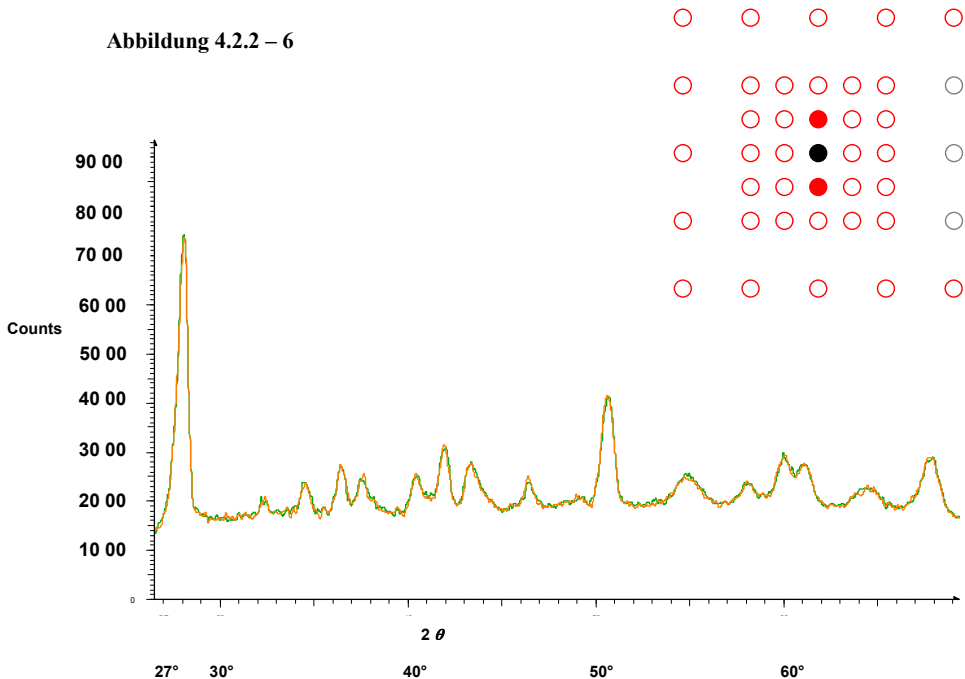


Abbildung 4.2.2–6: Das Schema im Diffraktogramm (oben, rechts) zeigt die Stellen der geplanten (leere rote Punkte) und aktuellen (volle rote Punkte) optischen Heizung. Die leeren grauen Punkte sind die wegen der Kollimatoreinstellung verhinderten Versuche mit der simultanen Heizung. Die Abstände von der Röntgenbeugungsstelle (schwarzer Punkt) sind gleich gehalten (2,5 mm kleiner Abstand und 5 mm großer Abstand). Im Diffraktogramm sind die aufgezeichneten Beugungsreflexe zweier äquidistanter Untersuchungen dargestellt; einmal von der nördlichen (grünes Diffraktogramm) und einmal von der südlichen Seite der Stelle (gelbes Diffraktogramm), die durch die Beugungsmethode erfasst wurden.

Genauso wie im Falle einer direkten Laser-Einstrahlung auf der Stelle wo sich auf der Objektoberfläche der Röntgenstrahlbündel befindet (Kapitel 4.2.1), ist eine Interferenz der verwendeten elektromagnetischen Strahlen so unterschiedlicher Frequenzen

selbstverständlich nicht möglich (Kapitel 6.2.1) und damit als Ursprung dieser zusätzlichen Erscheinungen nicht vertretbar. Die Erklärung zu diesem Phänomen lieferte die geometrische Analyse der Beugungsstelle um eine gewölbte Objektoberfläche. Im ersten beobachteten Fall fällt ein unfokussiertes Strahlbündel (Abbildungen 4.2.2–7, 4.2.2–8) auf die Objektoberfläche. Bei seiner Versetzung zur östlichen oder zur westlichen Position von der geheizten (und verformten) Stelle auf der Oberfläche kommt es zur Auslöschung der abgebeugten Strahlen. Zu einer konstruktiven Interferenz kann es nämlich nur dann kommen, wenn der zentrale Strahl in die Mitte der Wölbung geschickt wird (Abbildung 4.2.1–13). Hiermit wurde die Messapparatur als mögliche Ursache der unterschiedlich verzeichneten Beugungsmuster trotz einer Homogenität des Materials und trotz der äquidistanten Untersuchung ausgeschlossen.

Die zweite Messkonstellation, die auf Grund der unachtsamen Einstellung des Fokus des Röntgenstrahlbündels vorkam, ist die, bei der der kollimierte Röntgenstrahl noch vor dem Erreichen der Probenoberfläche fokussiert wurde. Dabei wird immer einer der Röntgenstrahlen in dem Winkel auf die Wölbung fallen, dessen Wert die Bragg'sche Bedingung zum konstruktiven Interferieren erfüllt. Wie schon früher dargestellt (Abbildung 4.2.1–11) wird hier bei einer Verschiebung des Röntgenstrahls von der östlichen zur westlichen Seite der Wölbung (und umgekehrt) im Flächenzähler immer ein scharfes, aber unterschiedlich von der Oberfläche abgebeugtes Signal verzeichnet (Abbildungen 4.2.2–9, 4.2.2–10). Für die neue Methode der Materialprüfung bedeutet dies fälschlich, als sich Defekte im Material befinden würden. Auch dann, wenn entweder ein idealer Fokus des Röntgenstrahlbündels auf der geheizten Objektoberfläche erzielt wird (Abbildungen 4.2.2–11, 4.2.2–12), oder zur Oberfläche ein ideal parallelisiertes Strahlbündel gerichtet wird (Abbildungen 4.2.2–13, 4.2.2–14), kommt es zur unterschiedlichen Aufzeichnungen im Flächendetektor, d. h. es kommt zur konstruktiven Interferenz unterschiedlich gebeugter Strahlen. Die geometrische Analyse zeigte hier ebenfalls, dass die Oberflächenwölbung die Qualität der Beugungsbedingungen beeinflusst, wenn man den kollimierten und ideal fokussierten Röntgenstrahl von ‚Westen‘ nach ‚Osten‘ verschiebt (*space angular dependence*).

Generell liefern also die Messkonstellationen ‚West-Ost‘ ständig Hinweise auf einen Defekt im Material, obwohl eine Inhomogenität gar nicht vorhanden ist. Deshalb dürfen sie als Teiluntersuchung in die dargestellte zerstörungsfreie Inspektion nicht integriert werden.

Abbildung 4.2.2 – 7

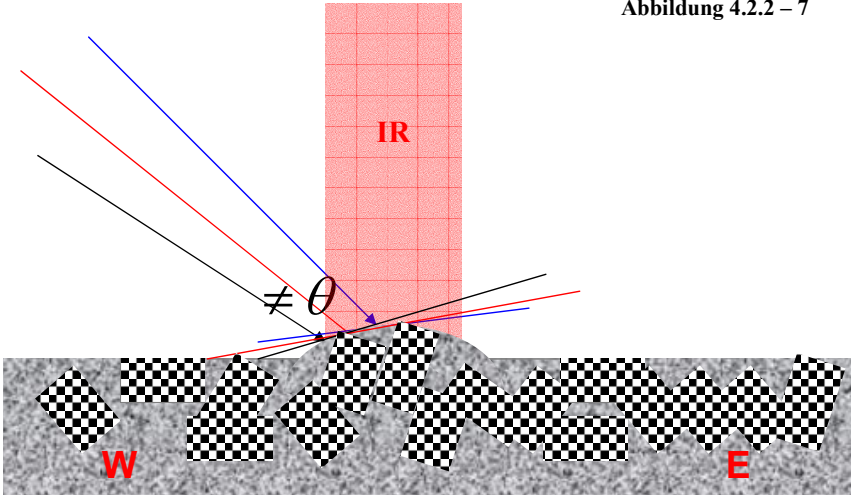


Abbildung 4.2.2 – 7, 4.2.2 – 8: Skizze der Beugung eines kollimierten, aber unfokussierten Röntgenstrahls in „westlicher“ und in „östlicher“ Position um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche

Abbildung 4.2.2 – 8

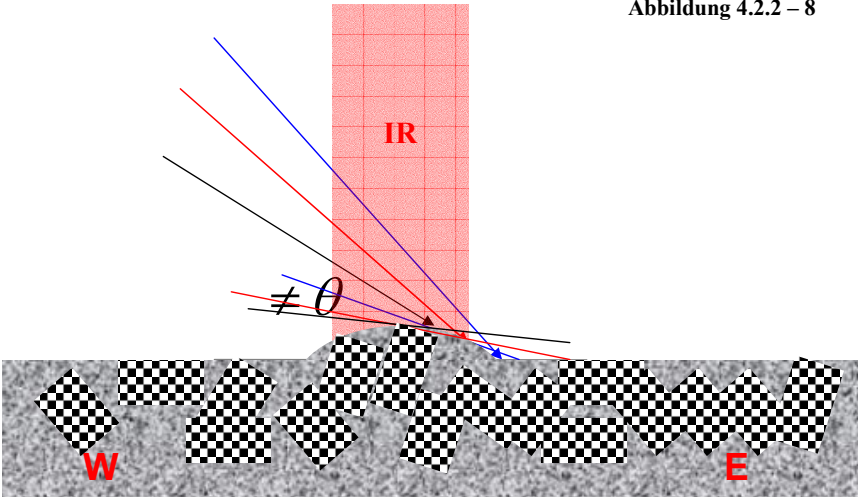


Abbildung 4.2.2 – 9

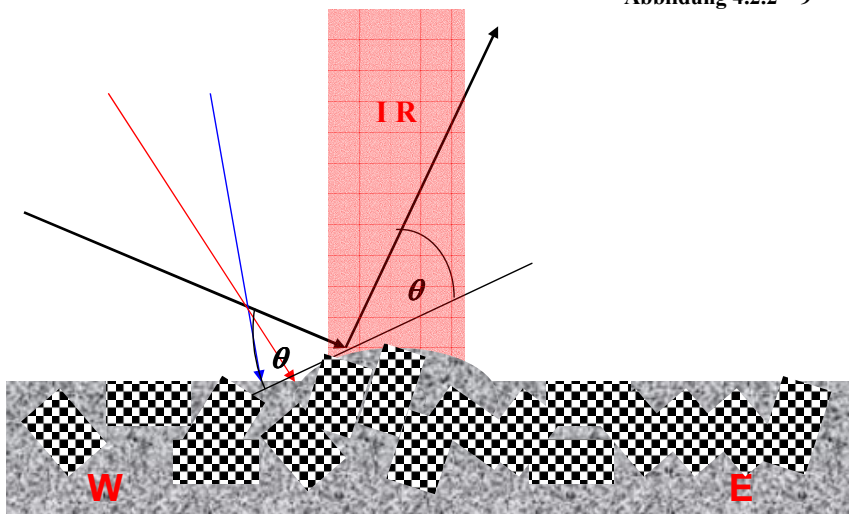


Abbildung 4.2.2 – 9, 4.2.2 – 10: Skizze der Beugung eines kollimierten, aber vor dem Erreichen der Probenoberfläche bereits fokussierten Röntgenstrahls in „westlicher“ und in „östlicher“ Position um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche.

Abbildung 4.2.2 – 10

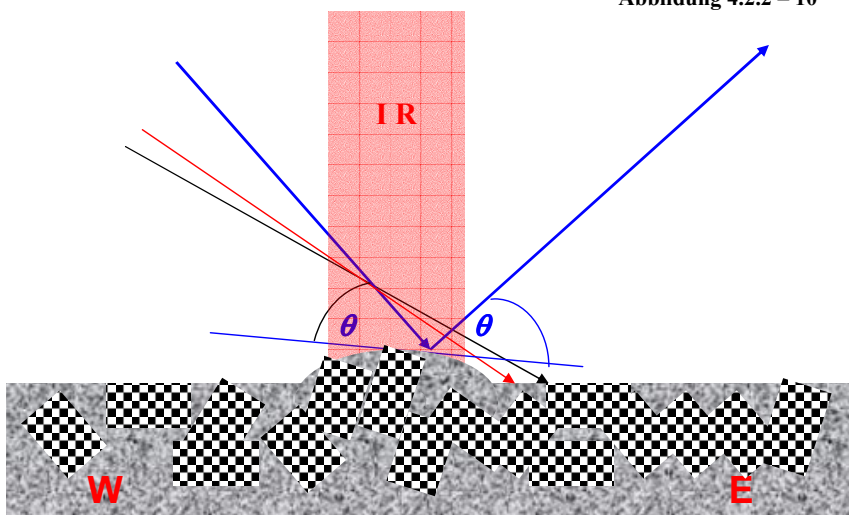


Abbildung 4.2.2 – 11

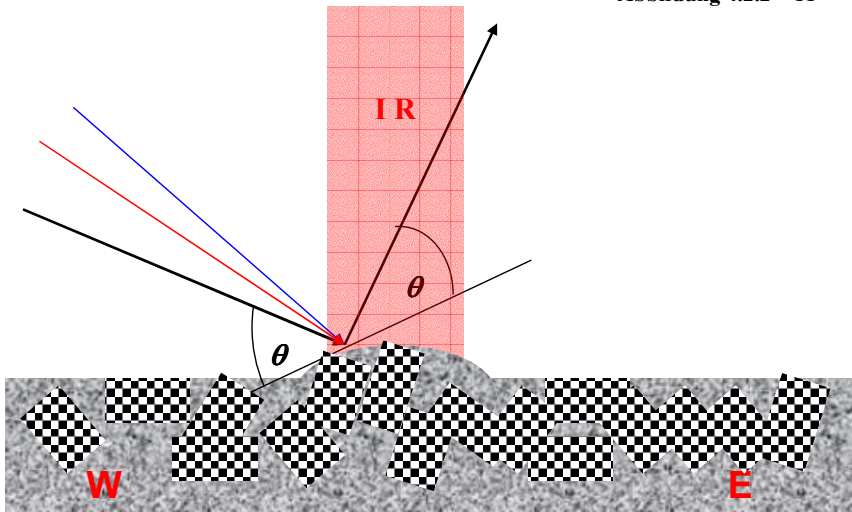
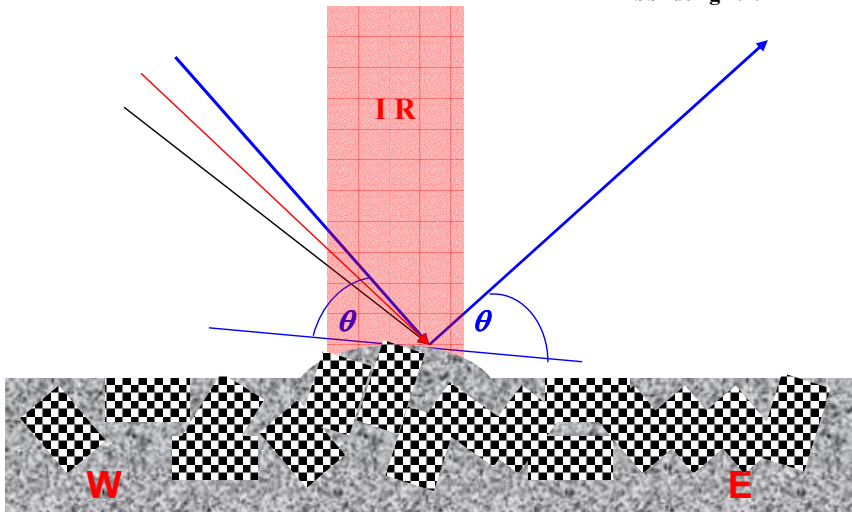


Abbildung 4.2.2 – 12



Abbildungen: 4.2.2 – 11, 4.2.2 – 12: Skizze der Beugung eines fokussierten Röntgenstrahls in „westlicher“ und „östlicher“ Position um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche.

Abbildung 4.2.2 – 13

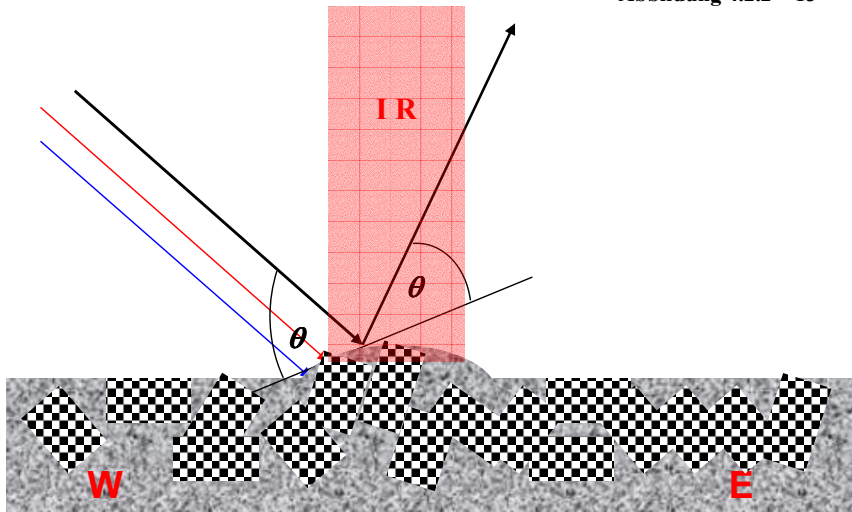
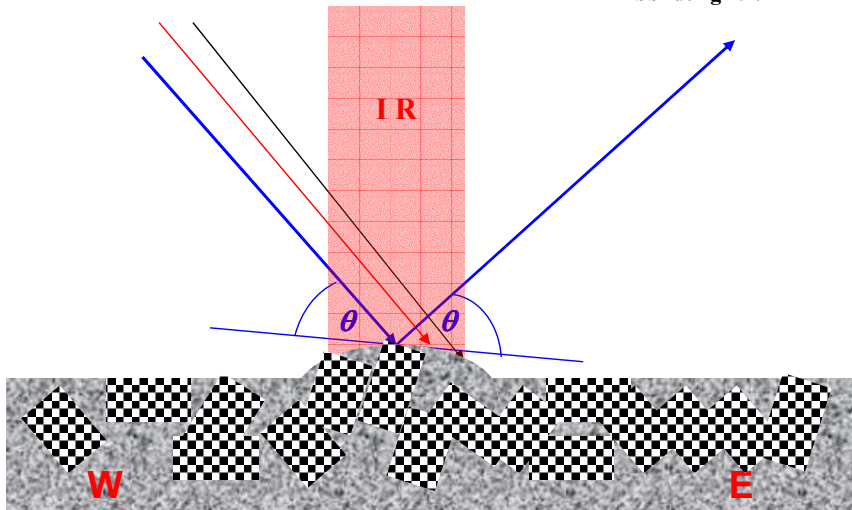


Abbildung 4.2.2 – 14



Abbildungen: 4.2.2 – 13, 4.2.2 –14: Skizze der Beugung eines ideal parallelisierten Röntgenstrahlbündels in „westlicher“ und „östlicher“ Position um eine durch das Erhitzen verformte (gewölbte) Probenoberfläche.

4.3 Zerstörungsfreie Materialuntersuchung durch simultane Anwendung von Röntgenbeugung und optischer Heizung

Mit einer optimalen Dauer der optischen Heizung und jener Größe der ‚Erreger-Fühler‘-Distanz, durch die die registrierten Signale der Röntgenbeugung für eine Materialinspektion brauchbar geworden sind, wurde die Experimentserie-3 ausgeführt (Abb. 4.3-1). Diese Versuche sind die eigentliche neue zerstörungsfreie Methode. Durch die Auswertung der Ergebnisse dieser Versuche bekommen wir also die Informationen darüber geliefert, ob sich zwischen den Einstrahlstellen des Laser- und kollimierten Röntgenstrahls eine Inhomogenität auf der Oberfläche und/oder in der Materialtiefe befindet. Durch die äquidistante Anwendung in den Versuchsschritten ist es möglich, nicht nur die Entscheidung zu treffen, ob das untersuchte Material beschädigt ist oder nicht (Abbildungen 4.3.1-1, -2, -3), sondern es ist ebenfalls möglich, die Stellung (Abbildungen 4.3.1-1, -2, -3) und Lage (Abbildungen 4.3.1-3, 4.3.2-1, 4.3.3-1) der Dislokationen im Materialinneren zu bestimmen.

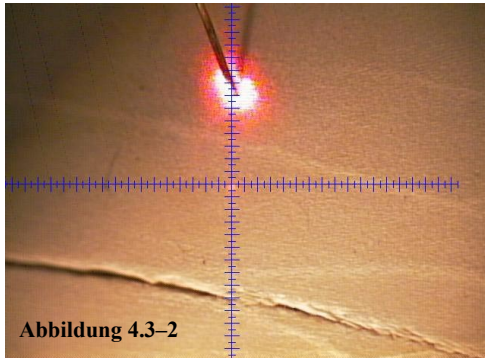
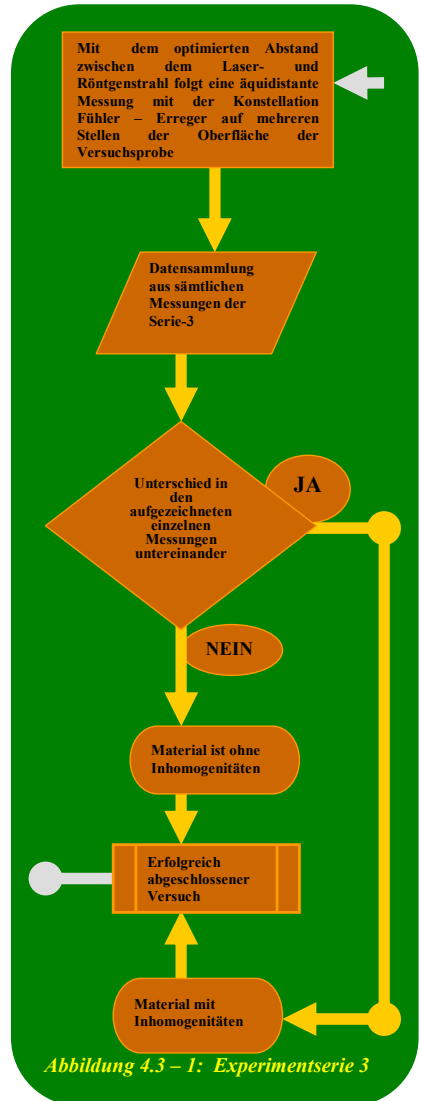
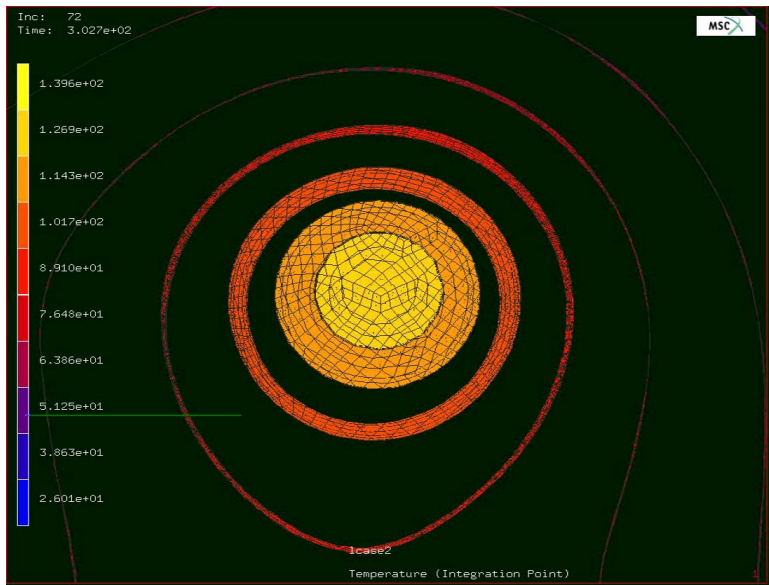
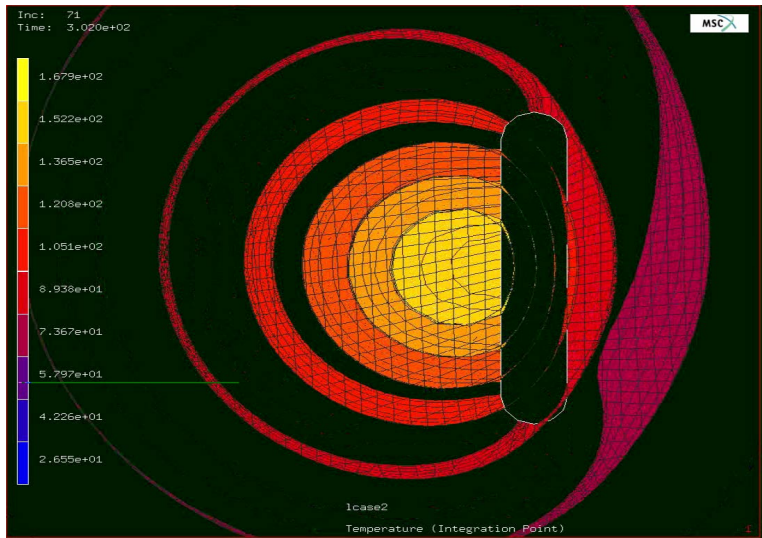


Abbildung 4.3-2
Abbildung 4.3-2: Im Fadengitter befindet sich die Einstrahlstelle des kollimierten Röntgenstrahls. 2,5 mm höher liegt der Brennpunkt des IR-Lasers. Die durchschnittliche Brennpunkttemperatur von $+850^{\circ}\text{C}$ ist mit dem Temperaturfühler gemessen. Die hier genutzte Messanordnung ist erlaubt (Kapitel 4.2.2) und das registrierte Beugungsmuster ist brauchbar.





Abbildungen 4.3–3: Die simulierte Wärmeausbreitung [124] in dem keramischen Material kurz nach 300 s einer punktuellen optischen Erwärmung. Es handelt es sich hier um die Aufsicht in Nahaufnahme einer 10 mm dicken Platte. Das obere Frame zeigt die simulierte Wärmefortpflanzung in einem intakten Material. Eine Kavität, künstlich bis 1 mm unter der Oberfläche angebracht, stört die regelmäßige Verteilung der isothermen Flächen (unten).



4.3.1 Detektion einer unteroberflächlichen Kavität

Abbildung 4.3.1 – 1

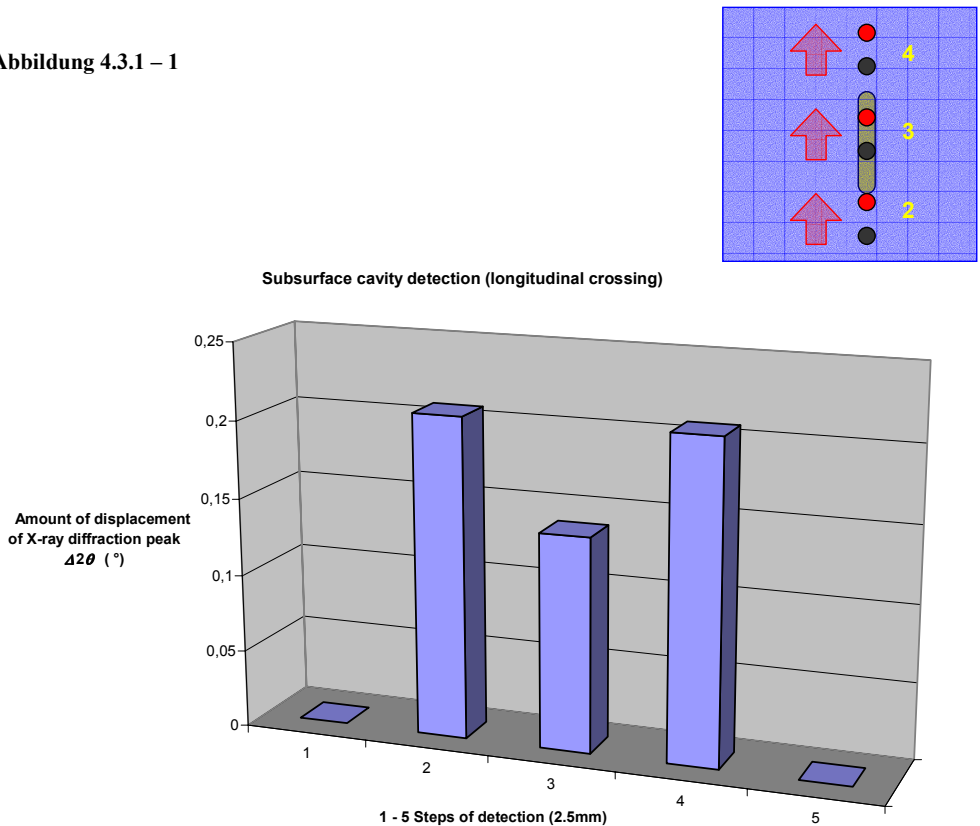
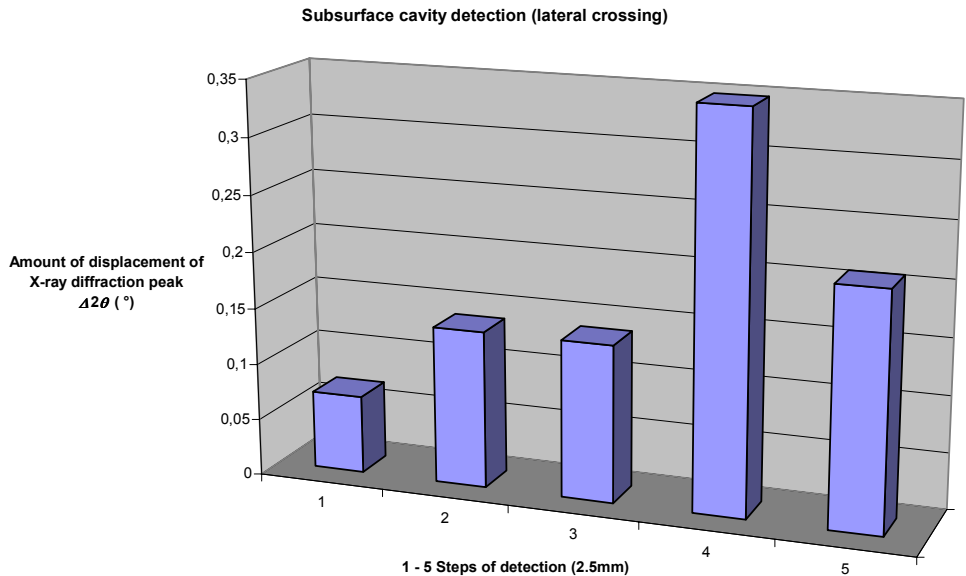


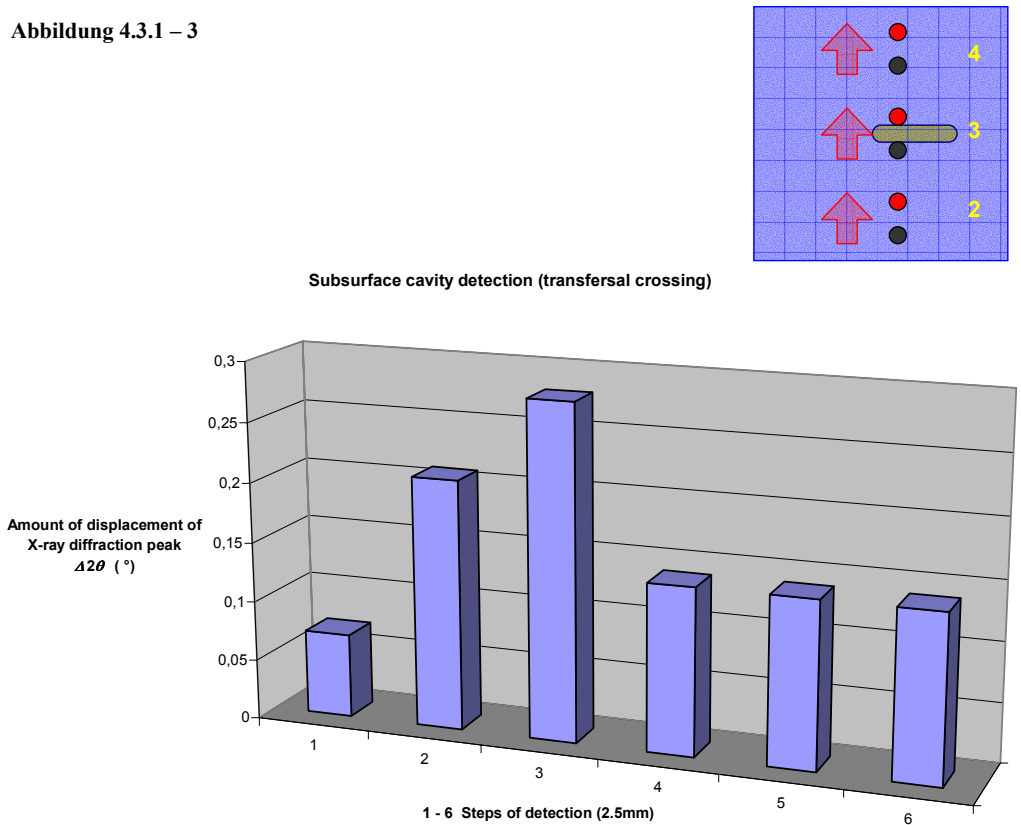
Abbildung 4.3.1–1: Diese Untersuchung wurde mit einer gewählten Distanz ‚Erreger-Fühler‘ von 2,5 mm (zwischen dem IR-Laserfokus und dem Röntgenfokus auf der Objektoberfläche) durchgeführt. Die Schritte dieser äquidistanten Inspektion sind bewusst entlang der künstlich zugefügten unteroberflächlichen Kavität gemacht worden. Die Werte „Amount of displacement of X-ray diffraction peak“ sind in jedem Schritt der Messung „1-5 Steps of detection (2.5 mm)“ so gebildet worden, dass die aufgezeichneten Beugungsreflexe für den Wert von 2θ um 50° der untersuchten Stelle von den Daten einer äquidistanten Messung (für den gleichen Wert von 2θ um 50°) der intakten Materialstelle subtrahiert worden sind [123]. Das Diagramm gibt deutlich wieder, dass sich unter den Stellen auf der Oberfläche, auf denen die Aufzeichnungen der Beugungsreflexe der Messschritte 2, 3 und 4 gemacht wurden, eine Inhomogenität befinden muss, die eine Ausbreitung der lokal zugefügten Wärme verändert.

Abbildung 4.3.1 – 2



Auch hier ist ein Abstand zwischen dem IR-Laserfokus und dem Röntgenfokus auf der Materialoberfläche von 2,5 mm für äquidistante Untersuchungen verwendet worden. Diesmal wurde in den Versuchsschritten „1–5 Steps of detection (2.5 mm)“ die Konstellation ‚Erreger-Fühler‘ seitlich über die künstlich zugefügte unteroberflächliche Kavität gezogen. Die Werte „Amount of displacement of X-ray diffraction peaks“ sind für jeden Schritt der Messung ebenfalls hier als der Unterschied der aufgezeichneten Beugungsreflexe (für den Wert von 2θ um 50°) der untersuchten Stelle und der äquidistanten Aufnahme einer intakten Materialstelle gewonnen worden [123]. Die ermittelte Zusammenhänge in der Abbildung 4.3.1–2 geben deutlich wieder, dass sich unter den untersuchten Stellen auf der Oberfläche eine Inhomogenität befindet, die eine Ausbreitung der lokal zugefügten Wärme stark beeinflusst.

Abbildung 4.3.1 – 3



Die Abbildung 4.3.1–3 deutet auf eine unteroberflächliche Inhomogenität hin, die sich durch die Beeinflussung des Wärmetransportes durch die Materialmatrix hindurch bemerkbar macht. Mit dem bewährten Abstand in der Konstellation ‚Erreger-Fühler‘ von 2,5 mm wurde die künstlich zugefügte Kavität in den Versuchsschritten „1 – 5 Steps of detection (2.5 mm)“ nun quer überschritten. Die Stärke der Beeinflussung der Wärmeausbreitung („Amount of displacement of X-ray diffraction peak“) ist für jeden Schritt der Messung auch hier als der Unterschied der aufgezeichneten Beugungsreflexe (für den Wert von 2θ um 50°) der untersuchten Stelle und der äquidistanten Aufnahme einer intakten Materialstelle gewonnen worden [123].

4.3.2 Lokalisierung einer unteroberflächlichen Kavität

Abbildung 4.3.2 – 1

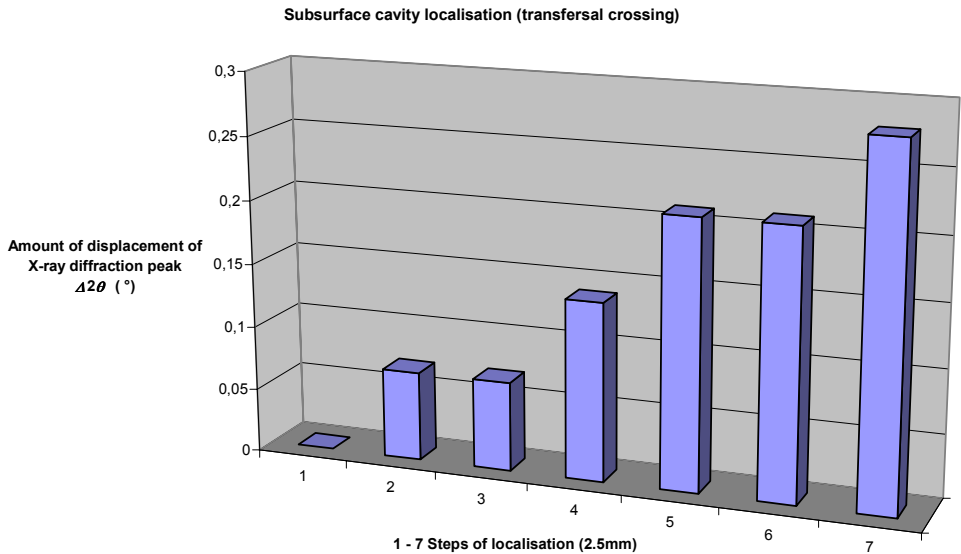
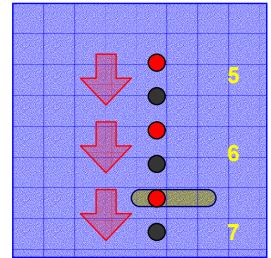
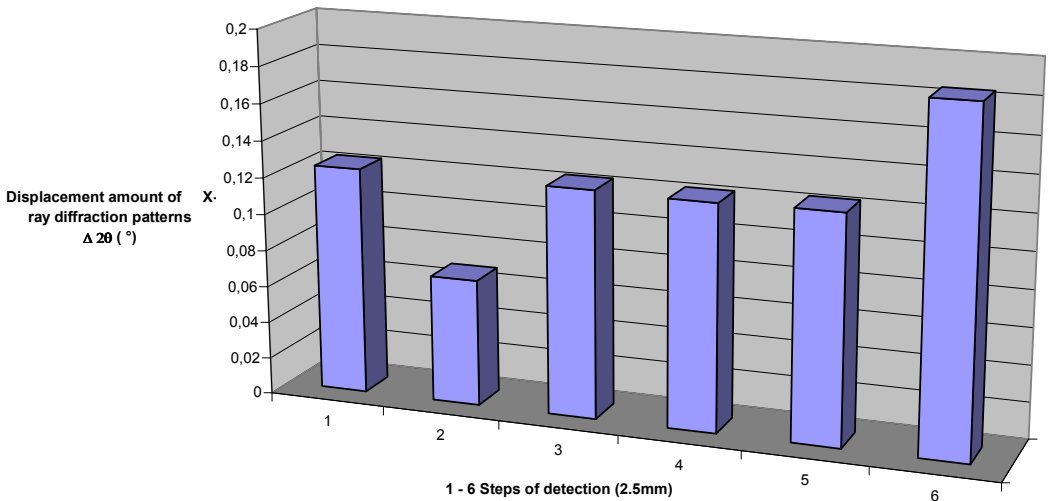
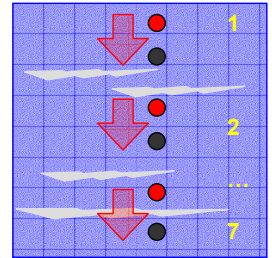


Abbildung 4.3.2-1: Schon durch die vorherigen Versuchsergebnisse ist gezeigt worden, dass eine unteroberflächliche Irregularität im Material durch die Nutzung der dargestellten Methode aufspürbar ist. Zusätzlich dazu fand aber ein Experiment statt, um die Inhomogenität zu lokalisieren. Die Schritte dieser äquidistanten Inspektion „1 – 7 Steps of localisation (2.5 mm)“ sind quer an der künstlich zugefügten unteroberflächlichen Kavität gemacht worden. Die Werte „Amount of displacement of X-ray diffraction peak“ für jeden Schritt der Messung sind wie bisher als Unterschied zwischen den aktuell aufgezeichneten Beugungsreflexen (für den Wert von 2θ um 50°) und jenen einer äquidistanten Aufnahme einer intakten Materialstelle gebildet worden [123]. Das Diagramm gibt deutlich wieder, dass sich die äquidistante Prüfkonstellation ‚Erreger-Fühler‘ (2,5 mm) der Inhomogenität annähert, was sich in einer immer größeren Beeinflussung der Wärmeleitung in der Materialmatrix manifestiert.

4.3.3 Detektion unteroberflächlicher Fissuren

Abbildung 4.3.3 – 1

Subsurface fissure detection (transversal crossing)



Das Lokalisieren einer unteroberflächliche Irregularität im Material, die die Form eines Risses hat, wurde mit der Konstellation „Erreger-Fühler“ (2,5 mm) quer zur Vorzugsrichtung der Anomalienausbildung durchgeführt. Die Schritte dieser äquidistanten Inspektion „1 – 6 Steps of localisation (2.5 mm)“ sind über das gesamte Anomalienfeld des untersuchten Materials gemacht worden. Die Werte „Amount of displacement of X-ray diffraction peak“ zeigen [123] für jeden Schritt der Messung, wie groß die Diskrepanz zwischen den aktuell aufgezeichneten Beugungsreflexen (für den Wert von 2θ um 50°) der beschädigten Probe und jenen einer äquidistanten Aufnahme einer intakten Materialstelle ist. Dies manifestiert sich als immer größerer Beeinflussung der Wärmeleitung in der Materialmatrix und letztendlich als eine Veränderung der Oberflächenstruktur (Abbildung 4.3.3–1).

4.3.4 Diskussion der Methode

Die Funktionalität der Methode, basierend auf dem hier präsentierten Ansatz zu einer zerstörungsfreien Materialuntersuchung, wobei simultan ein kollimiertes Röntgenstrahlbündel und ein IR-Laserstrahl zur Anwendung kamen, wurde erfolgreich bewiesen [1]. Verschiedene Messkonstellationen sind verwendet worden, wobei die Laserleistung, die Distanz zwischen dem Röntgen- und dem Laserstrahl auf der Probenoberfläche und die Dauer der optischen Heizung variiert wurden. Es konnte gezeigt werden, dass es mit der neuen Untersuchungsmethode möglich ist, die Existenz von Inhomogenitäten auf der Oberfläche und in der Materialmatrix nachzuweisen und zu lokalisieren. Hierdurch wurde ebenfalls bewiesen, dass die verwendete Apparatur [84, 102, 103, 125] in dem Versuchsaufbau zuverlässig ist (Abbildung 3.1.2.3–1).

Allerdings birgt die neue, dargestellte Prüfmethode einige Begrenzungen bezüglich ihrer Ausführbarkeit und ihrer Anwendbarkeit. Die Proben bzw. die Werkstücke, die untersucht werden sollen, müssen aus solchem Material bestehen, das infrarotes Licht absorbiert. Um den Charakter des zerstörungsfreien Prüfverfahrens zu bewahren und irreversible Veränderungen im Material nach der optischen Heizung zu vermeiden, müssen die zu untersuchende Werkstücke aus einer hitzebeständigen Substanz bestehen. Sie soll eine entsprechende Wärmekapazität und einen bestimmten Grad an Wärmeleitung besitzen und diskrete Röntgenbeugungsmuster vorweisen. Neben diesen vorexperimentellen Randbedingungen traten während der Ausführung der Versuche selbst einige limitierende Erscheinungen auf, die, falls nicht beachtet, zum Ziehen falscher Schlüsse über den Materialzustand des untersuchten Werkstücks führen würden (Abbildungen 4.2.2–4 bis 4.2.2-14). Diese Randbedingung basiert auf einem noch nicht beobachteten Phänomen in der Hochtemperatur-Diffraktometrie (HTXRD) [117, 119] und sie begrenzen die freie Wahl der Position des IR-Laserstrahls und des kollimierten Röntgenstrahls relativ zueinander auf der Probenoberfläche. Die Methode ist relativ langsam, was auf die *Read-Out*-Zeit des Flächendetektors [99] zurückzuführen ist.

Trotz allem können alle oberflächlichen respektive unteroberflächlichen Verunreinigungen, Unordnungen, Gaseinschlüsse, Kavitäten und anderweitige Inhomogenitäten in der Materialmatrix mit dem dargestellten Verfahren aufgespürt werden. Diese Methode bietet jedoch eine Alternative zur bestehenden zerstörungsfreien und nicht-invasiven Untersuchungsmethoden.

*Das Leben besteht,
entgegen der üblichen Annahme,
nicht aus verpatzten Gelegenheiten,
sondern aus einer Aneinanderreihung schönster Erlebnisse!*

Roland Boese

5. Ausblick

Der durch die Entwicklung erreichte Lebensstandard heute, besonders der in den Industrieländern, beruht auch und nicht zum kleinen Teil auf einer hervorragenden Qualität technischer Erzeugnisse, die durch ihre Vielfalt in unserem Alltag vertreten sind, die wir nutzen und deren Zuverlässigkeit und Ausdauer uns selbstverständlich geworden sind. Hinter dieser Selbstverständlichkeit verbirgt sich tatsächlich eine ganze Kette präziser Abläufe des Planens, des Herstellens und der Voruntersuchungen fertiger Teile, wodurch die Geräte, die uns durch Energieumwandlungsprozesse ihre Dienste leisten, auf den zukünftigen Gebrauch vorbereitet werden. Hinter diesen Abläufen verbergen sich auch einmal begangene Fehler.

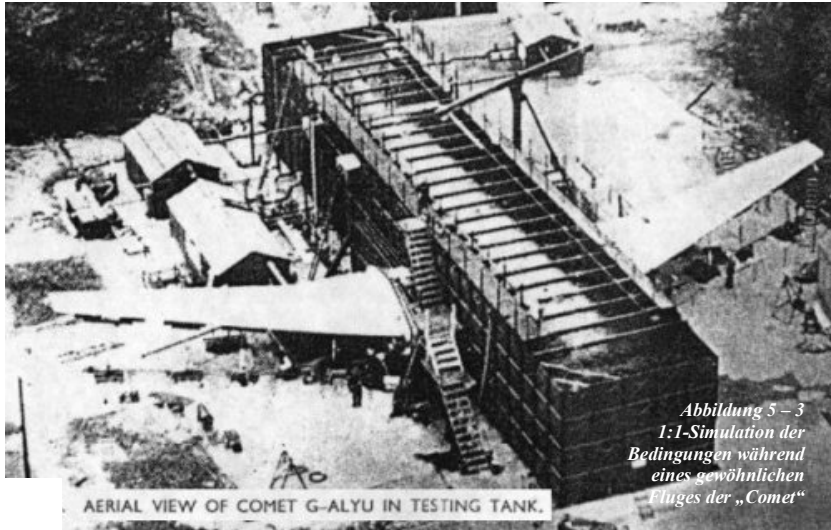


Die Wichtigkeit von Grundlagenforschung im Bereich des allgemeinen Apparatebaus und der Materialwissenschaft, aber auch der präzisen Werkstoffuntersuchung, wurde erst Mitte der 50er Jahre des vorigen Jahrhunderts durch tragische Ereignisse und eine Serie von Unfällen mit dem Flugzeug ‚Comet‘ (Abbildung 5-1) [126-128] der großen Öffentlichkeit bewusst.

Abbildung 5 – 2

Als erstes durch Gasturbinen angetriebenes Passagierflugzeug hat die ‚Comet‘ das Leben in der modernen Zeit beeinflusst, gleichzeitig aber konfrontierte sie die Welt mit den Konsequenzen der Unüberlegtheit beim Entwurf eines technischen Erzeugnisses.





Erst nachdem Simulationen durchgeführt worden waren, wobei der Druckunterschied zwischen der Fluggastzelle und der Atmosphärenumgebung eines gewöhnlichen Fluges realitätsnah mit einer Wasserfüllung des gesamten Fluggeräts (Abbildung 5-3) nachgestellt worden ist, wurde klar, welche Beachtung der möglichen Materialermüdung bei der Auslegung technischer Apparate (hier konkret kommerzieller Passagierflugzeuge) geschenkt werden muss. Diese Versuche und deren Ergebnisse (Abbildung 5-4) werden später zur Basis aller bedeutenden Simulationsrechnerprogramme für die Luft- und Raumfahrtindustrie.

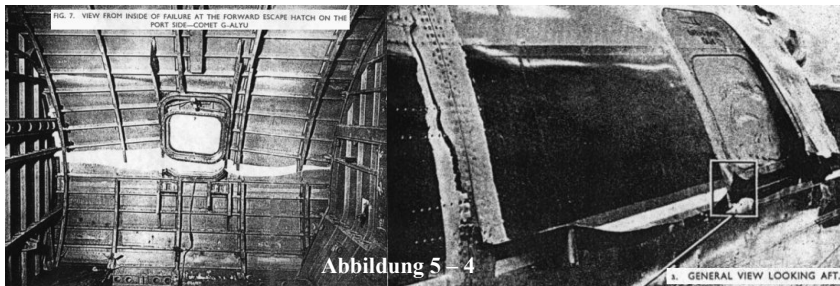


Abbildung 5-4: Nach relativ kurzen Zeit einer 1:1-Simulation haben sich kleine Materialversagen längs des Rumpfes (linkes Bild) und um die Fenster des Cockpits (rechtes Bild) zu gefährlichen Rissen entwickelt, die sich schnell durch die Bauteile der ‚Comet‘ ausbreiteten.

Am Anfang des Industriezeitalters gar nicht praktiziert, in späteren Jahren, wie im Falle der ‚Comet‘ erst korrigierend in die Herstellungsverfahren eingegliedert, haben heute verschiedene moderne zerstörungsfreie Materialuntersuchungen während der gesamten Produktion, aber auch im Rahmen des späteren praktischen Einsatzes, eine wichtige prophylaktische Rolle eingenommen, sodass ungewollten Entwicklungen in der Funktion eines technischen Apparats vorgebeugt werden können. Es wurden zwar noch in der Antike einige Techniken der „zerstörungsfreien Materialprüfung“ praktiziert³. Allerdings mögen uns Berichte damaliger Untersuchungen etwas übertrieben vorkommen, als der Schmied des Odysseus das auf die Klinge freifallenden Daunen spaltete, um die Schärfe des Schwertes zu prüfen.

Aus modernen nicht-invasiven Prüfverfahren werden die unveränderten und unbeeinflussten Informationen über den Zustand jener Bauteile der Geräte gewonnen, die sich im mechanischen, statischen und/oder thermischen Grenzbereich ihrer Beanspruchung (bei Neuteilen) befinden werden oder (bei bereits genutzten Apparaten) schon befanden. Die Diagnosen, erstellt aufgrund dieser Ergebnisse über den strukturellen Zustand der Materie, untermauern die Entscheidungen über den weiteren Einsatz, bilden aber auch die Basis für Überlegungen zur Verbesserung des Herstellungsverfahrens neuer Bauteile. Die Entwicklung der passiven Sicherheit [129] einer selbst tragenden, aus sog. Mehrphasenstählen bestehenden Autokarosserie (Abbildungen 5–5) ist ein Beispiel hierfür. Selbst nach Durchführung einer irreversiblen invasiven Testmethode ist ein nachträgliches Untersuchungsverfahren, dessen



Anwendung keinerlei Veränderungen auf die aktuelle Beschaffenheit des Materials und demzufolge keine Beeinflussung auf die Ergebnisse einer Untersuchung ausübt, unentbehrlich geworden, um die notwendige kritische Qualitätscharakterisierung des Zustandes eines betroffenen Werkstoffs durchzuführen.

Abbildung 5 – 5

Unversehrtes Cockpit als Ergebnis eines konstanten Einsatzes der zerstörungsfreien Materialuntersuchung nach den Crashtests. Hier: die Entwicklung eines neuen Geländewagens

³ Ilias von Homer

Zwischen der Entwicklung der ‚Comet‘ [126] und der ersten Erkenntnis von Entwurfsfehlern und der Entwicklung des ‚Cayenne‘ [129] liegen ungefähr fünfzig Jahre. Allerdings eine „Materialprüfung“ wurde schon in den Anfängen menschlicher Gesellschaft praktiziert [130], wie es z.B. in einer altgermanischen Sagengestalt über Wieland den Schmied [131] berichtet wird, als die Schärfe einer Klinge im kritischen Finale eines großen Ritterwettkampfs entscheidend war, weil nur der Überlegen siegte, der mit dem Schwert den Mitbewerber (der in voller Rüstung war) in zwei Hälften schnitt; oder eine andere „Materialprüfung“ der Damaszenerklingen, als die Elastizität solcher Erzeugnisse in einem Test gezeigt wurde, in dem die Klinge um den Körper eines Mannes gebogen werden muss, ohne sich dauerhaft zu verbiegen und anschließend mit demselben Schwert in einem Streich und einem Schlag des rechten Armes des Schmiedes den Kopf des Sklaven ohne Scharte oder Riß vom Rumpf getrennt werden soll, dann mag das Schwert als perfekt gelten. Zum Glück kennen wir heute humanere Materialtests, so dass uns die hier erwähnten irreversiblen und wenig schonenden zerstörungsbehafteten „Prüfmethode“ erspart bleiben dürfen.

In der letzten Zeit wurden wegen der immer größeren Anforderungen an die Geräte und deren Bauteile, deren Arbeitsbereich Hochleistungsbeanspruchung entspricht, auch hohe Ansprüche an die bereits etablierten zerstörungsfreien Materialuntersuchungsmethoden gestellt. Einige dieser Methoden können gerade noch zufrieden stellen. Einige Prüfverfahren dürfen jedoch in der Folge höherer Qualitätsanforderungen nicht mehr praktiziert werden. Ihren Platz nehmen neu entwickelte Untersuchungsmethoden ein.

Und das ist gerade das, was das Feld der zerstörungsfreien Materialuntersuchung in der Zukunft so interessant ausmachen und was die Fachleute verschiedener wissenschaftlichen Disziplinen vereinigen wird: es ist das Bestreben, noch bessere Werkstoffe zu entwerfen. Die Ingenieure stellen die Rahmenbedingungen des geplanten Einsatzes für ein Material her; die Chemiker formulieren die molekularen Details des zu verwendenden Stoffes und die Physiker geben weitere Erklärungen zu den Materialeigenschaften, besonders auf atomarer und subatomarer Ebene; die Mathematiker und Informatiker ermöglichen mit umfangreichen Programmsimulationen, komplexe Gesetzmäßigkeiten beachtend, einen Einblick in die Vorgänge, die erst zukünftig erfolgen werden. Die Biologen ziehen Erkenntnisse aus den Beispielen (z. B. dem Lotuseffekt) des größten planetaren Ingenieurs – der Natur – und tragen zur Tätigkeit dieser interdisziplinären Familie bei. Die vorliegende Arbeit kann ebenfalls als ein kleiner Beitrag zur Verbindung zwischen den Natur- und Ingenieurwissenschaften betrachtet werden. Die Fragen, die hier gestellt und beantwortet werden, reichen von den Wechselwirkung des kohärenten infraroten Lichts und der Ausbildung diskreter

Beugungsmuster von Röntgenphotonen bis zur Wärmeausbreitung im Feststoff und der Entdeckung eventueller Strukturinhomogenitäten. Auf jeden Fall stellt diese Arbeit ein interessantes Beispiel der gegenseitigen Beziehungen zwischen verschiedenen wissenschaftlichen Disziplinen dar.

Die Zeit ist günstig für die Forschung im Feld der Materialstruktur. Die immer stärker wachsenden Bedürfnisse der Welt nach neuen, ausdauernden, für unseren Metabolismus verträglichen, in der Natur recyclebaren Stoffen bringen die Wissenschaftler aller Disziplinen zusammen. Besonders die Röntgenstrukturanalyse spielt dabei eine entscheidende Rolle, da sie in der Lage ist, die verschiedenen Packungsdichten der Materialmoleküle oder sehr feine thermisch bedingte Unterschiede in der Materie aufzuspüren. Der Einsatz dieses in der wissenschaftlichen Analytik etablierten Verfahrens in der neuen zerstörungsfreien Materialuntersuchung verhilft in der Tat zur Früherkennung der Problemstellen in einem Werkstück.

Sicherlich sind noch viele Aspekte vorhanden, die zusätzliche Untersuchungen, Verfeinerung und Anpassung der präsentierten Methode erfordern: welche anderen Materialien dürfen wegen deren Beschaffenheit mit der Methode untersucht werden? Welche Materialien können wegen deren Charakteristiken bezüglich der Wärmeleitung mit der präsentierten Methode untersucht werden? Ist es möglich, das Prinzip der Methode (lokales punktuelles Erwärmen) umzukehren (das erhitzte Untersuchungsobjekt durch lokale punktuelle Wärmesenke kühlen) und damit verwendbare Ergebnisse zu erhalten? Demzufolge stehen weitere Versuche mit den künstlich erstellten Materialmorphologien (Wabenstruktur) und künstlich erstellten Inhomogenitäten (z.B. Fremdmaterialeinlagerungen in bestehender Materialmatrix) bevor. Schließlich bleibt es noch zu prüfen, ob die präsentierte Materialprüfung mit ihrer Aussagekräftigkeit einen Bestandteil der akribisch hohen Standards der Materialprüfung z.B. einer Luft- und Raumfahrtindustrie werden kann und ist ein verbreiteter wissenschaftlicher und großtechnischer Einsatz und Erstellung eines neuen Prüfgeräts basierend auf der Patentidee [1] [118] möglich?

Alle diese Fragen lagen allerdings neben der Aufgabenstellung und der Motivation dieser Arbeit: die Idee einer neuen zerstörungsfreien Materialtests zu untersuchen und diese zu untermauern. Die vorgestellte Methode wird jedoch hoffentlich zur Vergrößerung der allgemeinen Palette zerstörungsfreier Materialuntersuchungen führen.

Im Untersuchungsbericht [132], den das Königliche Ministerium des Transports und der zivilen Luftfahrt Großbritanniens bezüglich der unglücklichen Ereignisse um die ‚Comet‘

veranlasst hatte, schlagen im abschließenden Kapitel „*Future*“ die Berichterstatter vor, dass eine wissenschaftliche Forschung im Bereich der Materialkunde im Interesse der Wissensvergrößerung im Umgang mit den werkstoffspezifischen Aufgaben in der Luftfahrtindustrie unentbehrlich werden muss.

Heute wird allein in der europäischen Flugzeugindustrie [133, 134] 14 % des jährlichen Umsatzes oder ca. zehn Milliarden Euro für diese wissenschaftliche Forschung und Entwicklung verwendet.

***Anwendungsforschung bringt Fortschritt,
Grundlagenforschung bringt Revolution***

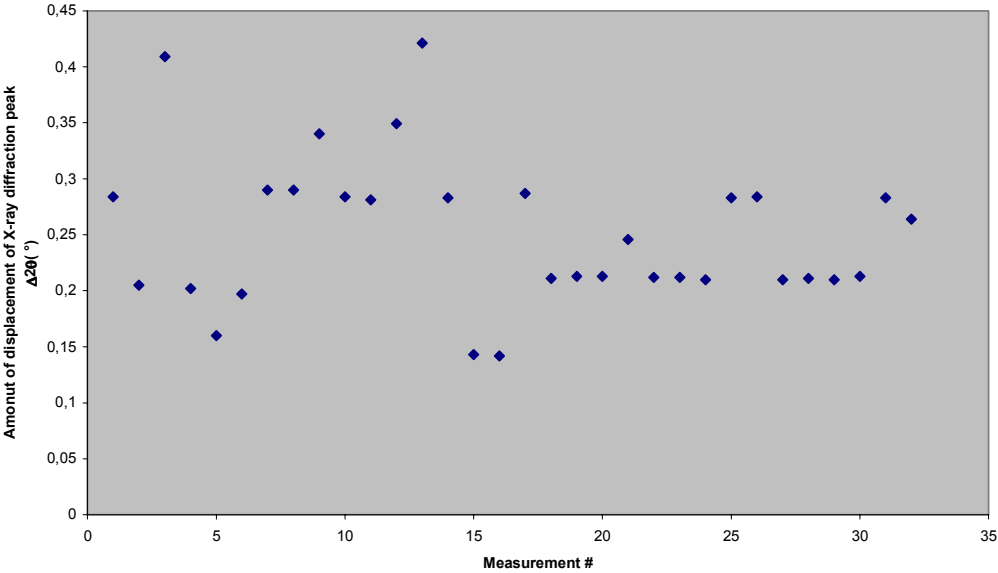
Willhelm Vosskuhn

6. Anhang

6.1 Die Auswertung

Die Experimente, deren Resultate im Kapitel 4 dargestellt wurden, sind im Rahmen der drei erläuterten Messserien realisiert worden und charakterisieren Hauptzielstreben in der Entwicklung der neuen Materialprüfung. Die Versuche selbst sind bei der Bayer AG Leverkusen am Gerät *GADDs* (Kapitel 3.1.2.1.) durchgeführt worden. Dieses Diffraktometer ist ausgerüstet mit einer Drehbühne auf deren von einander getrennten Halterungen die Röntgenröhre, der Flächendetektor und die Probenträger angebracht sind. Diese drei Komponenten können durch die unabhängige Rotationsbewegung der Halterungen auf der Drehbühne zur einen gewünschten Einstellung gebracht werden, in der es zur konstruktiven Interferenz der abgelenkten Röntgenstrahlen kommt. Die sehr präzise mechanische Vorrichtung innerhalb der Drehbühne stößt auf die physikalischen Grenzen einer jeden solchen Mechanik, ausgedrückt durch eine Toleranz der Positionierungsmotoren und der Zahn- und Schneckenradsatzes [135]. Die Drehbühne mit diesen Instrumenten befindet sich in einer Ebene, die parallel zu der ist, in der die Beugungsreflexe registriert werden. Somit übt die Toleranz dieser rotatorischen Positionierungseinrichtung einen direkten Einfluss auf die Reflexpositionen. Die Auflösung des Flächendetektors [135] stimmt mit dem Ableseschätzfehler von $0,07^\circ$ überein und begrenzt zusätzlich die Genauigkeit der Messergebnisse. Ferner sind in der Laborumgebung wegen des hohen Bedarfs an verschiedenen Messungen häufiger die Kalibrierungen der Geräte vorgenommen worden. Ungewollt wurden dadurch die Referenzbedingungen für die Durchführung der Messungen variiert. Dies verursachte eine Varianz in der Quantität der Messdaten, die sich um den Faktor zwei bis drei untereinander unterscheiden haben (Abb. 6.1-1). Trotz der öfteren Veränderungen des apparativen Versuchsaufbaus (Einsetzen von Proben) blieb die Qualität der Messergebnisse vergleichsweise konstant. Sie deutete auf das, im Experiment bemerkte, Phänomen hin, auf dem die neue zerstörungsfreie Materialuntersuchung basiert; auf Grund der Wärmezufuhr erfolgt eine Verkleinerung des reziproken Gitters und die Verschiebung und/oder die Verformung von Röntgenbeugungsreflexen in Richtung kleinerer 2θ -Werte. Auf die Messresultate so großer Quantitätsunterschiede wäre eine Anwendung konventioneller statistischer Methoden zwar möglich, aber solche mathematische Auswertung brächte keinerlei physikalischer Bedeutung. Um die Funktionalität der neuen Prüfmethode zu zeigen, wurde die Entscheidung getroffen die Messergebnisse als Einzelwerte in den Abbildungen zu zeigen (Kapitel 4). Einige ausgewählte Messresultate werden in nächsten Kapiteln abgebildet.

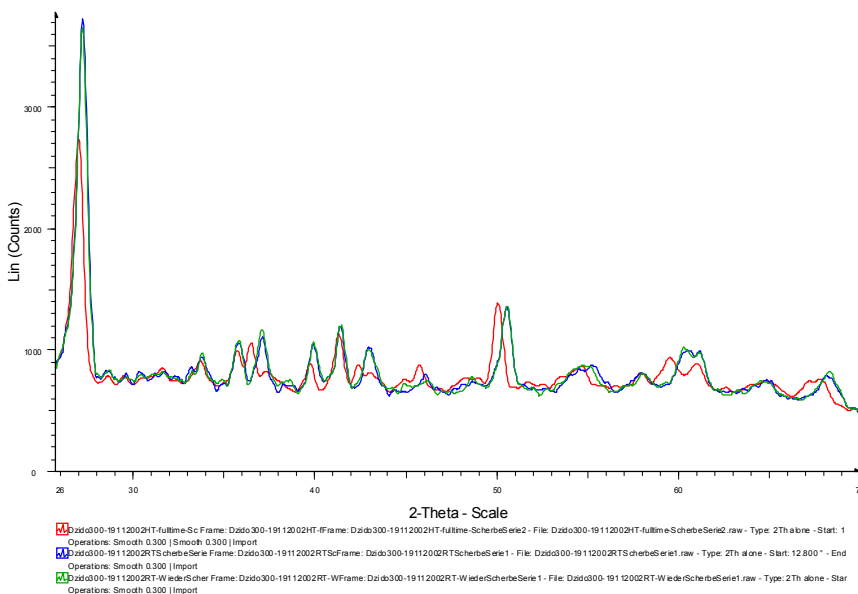
Abbildung 6.1 - 1: Maximal displacement of X-ray diffraction peak (2θ by 26°) due to the optical heating



6.1.1 Abbildungen: Bestätigung der zerstörungsfreien Qualität der neuen Methode

Versuch am 19. November 2002. Unterschied zwischen den Aufnahmen der Röntgenbeugung an derselben Stelle der präparierten (Kapitel 3.1.3) Isolatorenkeramik [107], einmal bei Raumtemperatur und einmal während optischer Heizung (cold-hot, ch). Anschließend Vergleich der ersten Aufnahme bei Raumtemperatur und der wiederholten Aufnahme bei Raumtemperatur nach optischer Heizung (cold-cold, cc).

19.11.2002 ch	19.11.2002 cc (Max Counts = 3778)
68,339° - 67,471° = 0,868	0° Y=40
60,579° - 59,420° = 1,159°	0° Y=0
50,524° - 49,944° = 0,580	0° Y=0
46,120° - 45,541° = 0,579	0° Y=54
42,944° - 42,644° = 0,290	0° Y=0
41,369° - 41,253° = 0,116	0° Y=0
39,863° - 39,573° = 0,290	0° Y=0
35,807° - 35,517° = 0,290	0° Y=28
27,174° - 26,884° = 0,290	0° Y=0



11.03.2003 cc (Max counts = 81,8)

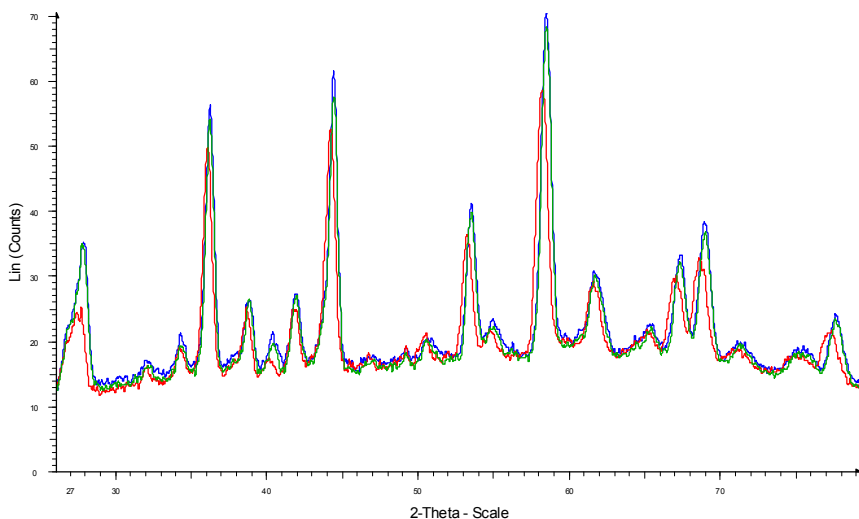
$$0^\circ \quad Y=0$$
$$0^\circ \quad Y=0$$
$$0^\circ \quad Y=0$$
$$\theta^\circ \quad Y=0$$
$$\theta^\circ \quad Y = ($$
 $0^\circ \quad Y=0.8$
$$\theta^\circ \quad Y=0$$
 $0.056^\circ \quad Y = 2.3$
$$0^\circ \quad Y=1.6$$
$$\theta^\circ \quad Y=0$$
$$\theta^\circ \quad Y=2.7$$
$$0^\circ \quad Y=0.8$$
$$0^\circ \quad Y=0,8$$

θ	$Y=0,8$
0°	$Y=3,4$



Versuch am 10. April 2003. Unterschied zwischen den Aufnahmen der Röntgenbeugung derselben Stelle der präparierten (Kapitel 3.1.3) Isolatorenkeramik [107], einmal bei Raumtemperatur und einmal während der optischen Heizung [101, 102] (cold-hot, ch). Anschließend der Vergleich der ersten Aufnahme bei Raumtemperatur und der wiederholten Aufnahme bei Raumtemperatur nach optischer Heizung (cold-cold, cc).

10.04.2003 ch

 $77,637^\circ - 77,140^\circ = 0,497$ $68,979^\circ - 68,624^\circ = 0,355$ $67,347^\circ - 66,992^\circ = 0,355$ $58,476^\circ - 58,263^\circ = 0,213$ $54,928^\circ - 54,715^\circ = 0,213$ $53,509^\circ - 53,296^\circ = 0,213$ $44,354^\circ - 44,141^\circ = 0,213$ $38,819^\circ - 38,607^\circ = 0,212$ $36,193^\circ - 35,980^\circ = 0,213$ $34,348^\circ - 34,135^\circ = 0,213$ $27,819^\circ - 27,606^\circ = 0,213$ 10.04.2003 cc (*Max Count=70,5*) $0^\circ Y=1,3$ $0^\circ Y=1,7$ $0^\circ Y=1,2$ $0^\circ Y=1,5$ $0^\circ Y=1,2$ $0^\circ Y=1,4$ $0^\circ Y=4,0$ $0^\circ Y=0$ $0^\circ Y=2,4$ $0^\circ Y=1,9$ $0^\circ Y=0$ 

2-Theta - Scale

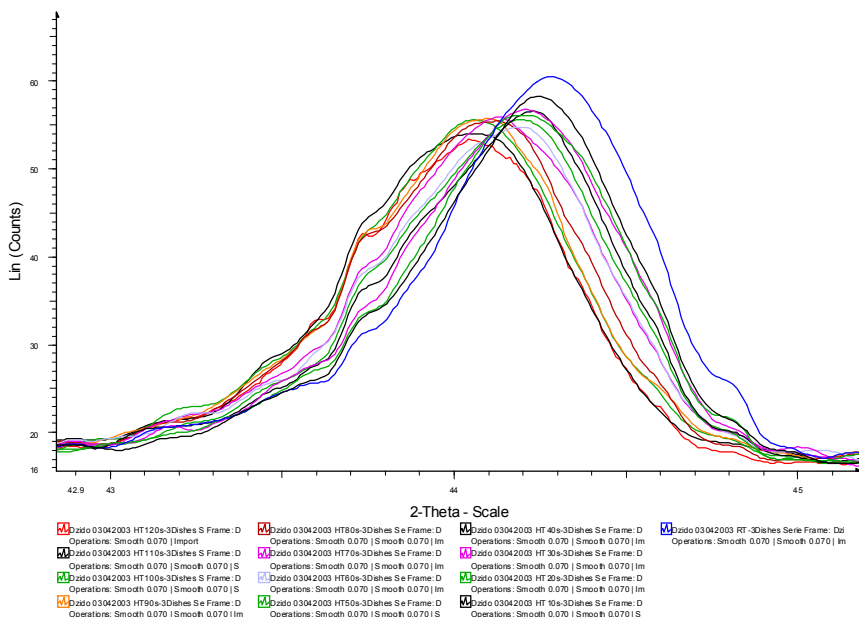
■ D:\10042003 RT-2Dishes-HEAD: Frame: D:\10042003 RT-2Dishes-HEAD: Serie 5-Again: File: D:\10042003 RT-2Dishes-HEAD: Serie 5-Again.raw - Type: 2Th alone
 Operators: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import

■ D:\10042003 RT-2Dishes-HEAD: Frame: D:\10042003 RT-2Dishes-HEAD: Serie 5 - File: D:\10042003 RT-2Dishes-HEAD: Serie 5.raw - Type: 2Th alone - Start: 22.30
 Operators: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import

■ D:\10042003 HT-2Dishes-HEAD: Frame: D:\10042003 HT-2Dishes-HEAD: Serie 5 - File: D:\10042003 HT-2Dishes-HEAD: Serie 5.raw - Type: 2Th alone - Start: 22.30
 Operators: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import

6.1.2 Abbildung: Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Dauer der optischen Heizung

Versuch am 3. April 2003. Unterschied zwischen den einzelnen Aufnahmen der Röntgenbeugung derselben Stelle der präparierten (Kapitel 3.1.3) Isolatorenkeramik [107] bei wachsender Dauer der optischen Heizung [102] (um jeweils 10 s) und einer maximalen Laserleistung von 13,1 W. Anschließender Vergleich dieser Aufnahmen mit jener Aufnahme, die die maximale Dauer der optischen Heizung repräsentiert (cold-hot, ch) und der wiederholten Aufnahme bei Raumtemperatur nach optischer Heizung (cold-cold, cc).



03.04.2003 ch

77,610° - 77,111° = 0,499
 68,908° - 68,408° = 0,500
 67,338° - 66,839° = 0,499
 61,774° - 61,346° = 0,428
 58,350° - 57,994° = 0,356
 53,428° - 53,143° = 0,285
 44,298° - 44,012° = 0,286
 38,734° - 38,449° = 0,285
 36,095° - 35,881° = 0,184
 27,511° - 27,195° = 0,316

03.04. 10s

0,176° Y=1,5
 0,106° Y=1,2
 0,211° Y=1,2
 0,105° Y=1,2
 0,105° Y=3,4
 0,140° Y=0,9
 0,071° Y=2,4
 0,070° Y=0,6
 0° Y=3,0
 0,105° Y=1,2

03.04.2003 cc Max counts=67,9

0,082° Y=0,8
 0,082° Y=2,4
 0,082° Y=1,3
 0,162° Y=0,5
 0,162° Y=2,8
 0,082° Y=0
 0° Y=2,2
 0,082° Y=0
 0,082° Y=2,1
 0,162° Y=0

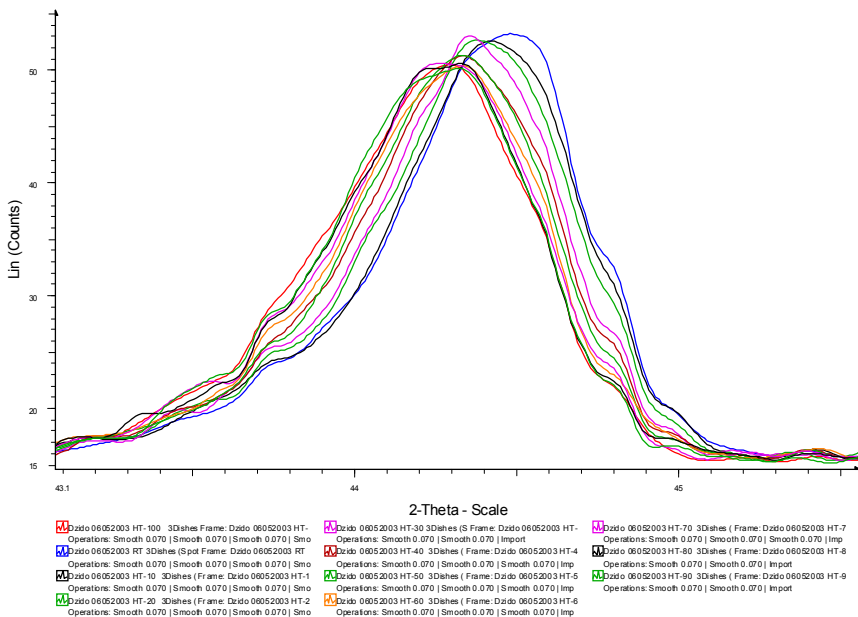
03.04.2003 ch	03.04. 20s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,176° Y=1,5	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,106° Y=1,8	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,211° Y=1,8	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,141° Y=1,2	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,105° Y=4,9	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,141° Y=1,8	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,105° Y=4,3	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,140° Y=0,3	0,082° Y=0
36,095° - 35,881° = 0,184	0,070° Y=4,6	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,070 Y=1,2	0,162° Y=0
03.04.2003 ch	03.04. 30s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,247° Y=2,1	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,247° Y=3,1	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,246° Y=0,6	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,212° Y=1,5	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,140° Y=5,2	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,176° Y=1,8	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,106° Y=3,7	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,140° Y=1,2	0,082° Y=0
36,095° - 35,881° = 0,184	0,070° Y=3,6	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,106 Y=1,8	0,162° Y=0
03.04.2003 ch	03.04. 40s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,246° Y=2,1	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,245° Y=2,1	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,211° Y=2,5	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,140° Y=1,2	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,140° Y=6,4	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,140° Y=2,1	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,070° Y=4,0	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,105° Y=0,6	0,082° Y=0
36,095° - 35,881° = 0,184	0,105° Y=4,8	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,141 Y=1,5	0,162° Y=0
03.04.2003 ch	03.04. 50s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,422° Y=1,8	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,210° Y=3,7	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,211° Y=1,5	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,211° Y=1,0	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,175° Y=6,6	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,176° Y=3,3	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,210° Y=4,9	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,211° Y=1,2	0,082° Y=0
36,095° - 35,881° = 0,184	0,105° Y=3,9	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,140 Y=0	0,162° Y=0

03.04.2003 ch	03.04. 60s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,422° Y=1,8	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,387° Y=4,9	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,246° Y=1,5	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,211° Y=1,2	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,211° Y=7,9	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,211° Y=3,0	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,140° Y=5,8	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,211° Y=1,5	0,082° Y=0
36,095° - 35,881° = 0,184	0,140° Y=4,9	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,143 Y= -0,9	0,162° Y=0
03.04.2003 ch	03.04. 70s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,422° Y=2,4	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,387° Y=4,0	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,281° Y=1,5	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,316° Y=1,5	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,246° Y=7,6	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,247° Y=3,3	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,176° Y=4,9	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,211° Y=1,2	0,082° Y=0
36,095° - 35,881° = 0,184	0,140° Y=4,2	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,246 Y= -0,3	0,162° Y=0
03.04.2003 ch	03.04. 80s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,492° Y=2,7	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,422° Y=4,3	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,352° Y=2,5	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,317° Y=1,2	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,281° Y=9,1	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,282° Y=2,7	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,211° Y=5,2	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,246° Y=0,9	0,082° Y=0
36,096° - 35,920° = 0,141	0,141° Y=4,6	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,281 Y= -0,6	0,162° Y=0
03.04.2003 ch	03.04. 90s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,492° Y=2,1	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,422° Y=4,6	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,422° Y=1,8	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,352° Y=1,8	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,352° Y=9,1	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,282° Y=3,3	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,247° Y=4,9	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,246° Y=0,6	0,082° Y=0
36,096° - 35,920° = 0,141	0,141° Y=6,2	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,316 Y= - 2,3	0,162° Y=0

03.04.2003 ch	03.04. 100s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,492° Y=1,8	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,456° Y=4,9	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,492° Y=1,5	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,352° Y=1,8	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,352° Y=9,0	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,285° Y=2,7	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,286° Y=4,9	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,285° Y=0,3	0,082° Y=0
36,096° - 35,920° = 0,141	0,141° Y=4,9	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,316 Y= - 1,8	0,162° Y=0
03.04.2003 ch	03.04. 110s	03.04.2003 cc <i>Max counts=67,9</i>
77,610° - 77,111° = 0,499	0,497° Y=1,6	0,082° Y=0,8
68,908° - 68,408° = 0,500	0,497° Y=4,6	0,082° Y=2,4
67,338° - 66,839° = 0,499	0,496° Y=1,7	0,082° Y=1,3
61,774° - 61,346° = 0,428	0,425° Y=1,8	0,162° Y=0,5
58,350° - 57,994° = 0,356	0,355° Y=9,7	0,162° Y=2,8
53,428° - 53,143° = 0,285	0,285° Y=3,3	0,082° Y=0
44,298° - 44,012° = 0,286	0,286° Y=6,3	0° Y=2,2
38,734° - 38,449° = 0,285	0,285° Y=0,8	0,082° Y=0
36,096° - 35,920° = 0,141	0,141° Y=4,9	0,082° Y=2,1
27,511° - 27,195° = 0,316	0,316 Y= - 2,2	0,162° Y=0

6.1.3 Abbildungen: Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Laserleistung

Versuch am 6. Mai 2003. Unterschied zwischen den einzelnen Aufnahmen der Röntgenbeugung derselben Stelle der präparierten (Kapitel 3.1.3) Isolatorenkeramik [107] bei wachsender Laserleistung der optischen Heizung [102] (um jeweils 10 %) und einer maximalen Dauer von 120 s. Anschließender Vergleich dieser Aufnahmen mit jener Aufnahme, die die maximale Dauer der optischen Heizung repräsentiert (cold-hot, ch) und der wiederholten Aufnahme bei Raumtemperatur nach optischer Heizung (cold-cold, cc).



06.05.2003 ch (Spot2)

77,717° - 77,439° = 0,279
 69,059° - 68,710° = 0,349
 67,453° - 67,244° = 0,209
 65,568° - 65,219° = 0,349
 61,937° - 61,588° = 0,349
 58,533° - 58,323° = 0,210
 55,032° - 54,752° = 0,280
 53,558° - 53,348° = 0,210
 50,834° - 50,346° = 0,488
 44,480° - 44,271° = 0,209
 42,009° - 41,799° = 0,210
 40,399° - 40,259° = 0,140
 38,859° - 38,649° = 0,210
 36,241° - 36,101° = 0,140
 34,308° - 34,098° = 0,210
 27,866° - 27,656° = 0,210

06.05. Power10% (Max Counts=64,9)

0° Y=0
 0° Y=0
 0° Y=0
 0° Y=0
 0,069° Y=0
 0° Y=0
 0° Y=0
 0° Y=0
 0° Y=0
 0,069° Y=0
 0,070° Y=0
 0,070° Y=0
 0,139° Y=0,7
 0,070° Y=0
 0° Y=0
 0°

06.05.2003 ch (Spot2)

77,717° - 77,439° = 0,279
 69,059° - 68,710° = 0,349
 67,453° - 67,244° = 0,209
 65,568° - 65,219° = 0,349
 61,937° - 61,588° = 0,349
 58,533° - 58,323° = 0,210
 55,032° - 54,752° = 0,280
 53,558° - 53,348° = 0,210
 50,834° - 50,346° = 0,488
 44,460° - 44,320° = 0,140
 42,009° - 41,799° = 0,210
 40,399° - 40,259° = 0,140
 38,859° - 38,649° = 0,210
 36,241° - 36,101° = 0,140
 34,308° - 34,098° = 0,210
 27,866° - 27,656° = 0,210

06.05.2003 ch (Spot2)

77,717° - 77,439° = 0,279
 69,059° - 68,710° = 0,349
 67,453° - 67,244° = 0,209
 65,568° - 65,219° = 0,349
 61,937° - 61,588° = 0,349
 58,533° - 58,323° = 0,210
 55,032° - 54,752° = 0,280
 53,558° - 53,348° = 0,210
 50,834° - 50,346° = 0,488
 44,480° - 44,271° = 0,209
 42,009° - 41,799° = 0,210
 40,399° - 40,259° = 0,140
 38,859° - 38,649° = 0,210
 36,241° - 36,101° = 0,140
 34,308° - 34,098° = 0,210
 27,866° - 27,656° = 0,210

06.05.2003 ch (Spot2)

77,717° - 77,439° = 0,279
 69,059° - 68,710° = 0,349
 67,453° - 67,244° = 0,209
 65,568° - 65,219° = 0,349
 61,937° - 61,588° = 0,349
 58,533° - 58,323° = 0,210
 55,032° - 54,752° = 0,280
 53,562° - 53,282° = 0,280
 53,558° - 53,348° = 0,210
 44,480° - 44,271° = 0,209
 42,009° - 41,799° = 0,210
 40,399° - 40,259° = 0,140
 38,894° - 38,684° = 0,210
 36,241° - 36,101° = 0,140
 34,308° - 34,098° = 0,210
 27,866° - 27,656° = 0,210

06.05. Power20% (Max Counts=64,9)

0,070° Y=0
 0,070° Y=0
 0,070° Y=0
 0,069° Y=0
 0,069° Y=0
 0° Y=0
 0° Y=0
 0° Y=0
 0,148° Y=0
 0,139° Y=0,6
 0,070° Y=0
 0,140° Y=0
 0,139° Y=0,7
 0,070° Y=0
 0,070° Y=0
 0°

06.05. Power30% (Max Counts=64,9)

0,139° Y=0
 0,140° Y=0
 0,139° Y=0
 0,139° Y=0
 0,279° Y=0,7
 0,070° Y=3,0
 0,139° Y=0
 0,140° Y=0
 0,209° Y=0
 0,139° Y=0,6
 0,139° Y=0
 0,140° Y=0
 0,209° Y=0,7
 0,070° Y=0
 0,139° Y=0
 0°

06.05. Power40% (Max Counts=64,9)

0,209° Y=0
 0,209° Y=1,3
 0,210° Y=0,4
 0,139° Y=0
 0,279° Y=0,7
 0,070° Y=3,9
 0,139° Y=0,9
 0,140° Y=0
 0,209° Y=0
 0,209° Y=0,6
 0,209° Y=0
 0,209° Y=0
 0,140° Y=0,7
 0,139° Y=0
 0,209° Y=0
 0°

06.05.2003 ch (Spot2)

77,717° - 77,439° = 0,279
 69,059° - 68,710° = 0,349
 67,453° - 67,244° = 0,209
 65,568° - 65,219° = 0,349
 61,937° - 61,588° = 0,349
 58,516° - 58,236° = 0,280
 55,024° - 54,752° = 0,270
 53,558° - 53,348° = 0,210
 50,834° - 50,346° = 0,488
 44,480° - 44,271° = 0,209
 42,036° - 41,827° = 0,209
 40,430° - 40,291° = 0,139
 38,894° - 38,684° = 0,210
 36,241° - 36,101° = 0,140
 34,308° - 34,098° = 0,210
 27,866° - 27,656° = 0,210

06.05.2003 ch (Spot2)

77,717° - 77,439° = 0,279
 69,059° - 68,710° = 0,349
 67,453° - 67,244° = 0,209
 65,568° - 65,219° = 0,349
 61,937° - 61,588° = 0,349
 58,516° - 58,236° = 0,280
 55,024° - 54,752° = 0,270
 53,558° - 53,348° = 0,210
 50,834° - 50,346° = 0,488
 44,480° - 44,271° = 0,209
 42,036° - 41,827° = 0,209
 40,430° - 40,291° = 0,139
 38,894° - 38,684° = 0,210
 36,241° - 36,101° = 0,140
 34,308° - 34,098° = 0,210
 27,866° - 27,656° = 0,210

06.05.2003 ch (Spot2)

77,717° - 77,439° = 0,279
 69,059° - 68,710° = 0,349
 67,453° - 67,244° = 0,209
 65,568° - 65,219° = 0,349
 61,937° - 61,588° = 0,349
 58,516° - 58,236° = 0,280
 55,024° - 54,752° = 0,270
 53,558° - 53,348° = 0,210
 50,834° - 50,346° = 0,488
 44,480° - 44,271° = 0,209
 42,036° - 41,827° = 0,209
 40,430° - 40,291° = 0,139
 38,894° - 38,684° = 0,210
 36,241° - 36,101° = 0,140
 34,308° - 34,098° = 0,210
 27,866° - 27,656° = 0,210

06.05. Power50% (Max Counts=64,9)

0,279° Y=0,6
 0,279° Y=1,3
 0,139° Y=0,4
 0,299° Y=0
 0,349° Y=0,7
 0,210° Y=3,9
 0,139° Y=0,9
 0,210° Y=0
 0,349° Y=0
 0,209° Y=0,6
 0,070° Y=0
 0,209° Y=0
 0,140° Y=0,7
 0,140° Y=0
 0,209° Y=0
 0°

06.05. Power60% (Max Counts=64,9)

0,278° Y=1,0
 0,209° Y=0,6
 0,209° Y=0,4
 0,279° Y=0
 0,210° Y=0,9
 0,210° Y=3,9
 0,140° Y=0,9
 0,210° Y=0
 0,346° Y=0
 0,209° Y=0,6
 0,140° Y=0
 0,139° Y=0
 0,210° Y=0,7
 0,140° Y=0
 0,210° Y=0
 0°

06.05. Power70%80% 90% 100% (Max Counts=64,9)

0,279° Y=1,0
 0,349° Y=0,6
 0,209° Y=0,4
 0,349° Y=0
 0,349° Y=0,9
 0,280° Y=3,9
 0,270° Y=0,9
 0,210° Y=0
 0,488° Y=0
 0,209° Y=0,6
 0,209° Y=0
 0,139° Y=0
 0,210° Y=0,7
 0,140° Y=0
 0,210° Y=0
 0°

6.1.4 Abbildungen: Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Distanz zwischen dem Laser- und Röntgenstrahl auf der Objektoberfläche

Versuch am 13. November 2002. Unterschied zwischen den äquidistanten Aufnahmen der Röntgenbeugung der präparierten (Kapitel 3.1.3) Isolatorenkeramik [107] bei konstanter Dauer der optischen Heizung bei veränderbarer Distanz (um den angegebenen Betrag). Anschließend der Vergleich dieser Aufnahmen mit jener Aufnahme, die die maximale Laserleistung und Dauer der optischen Heizung repräsentiert (cold-hot, ch).

13.11.2002. ch DISTANCE	13.11.2002 10mm (Max C. 2703)
60,885° - 60,737° = 0,148	0° Y=1,25%
57,840° - 57,349° = 0,491	0° Y=5,02%
52,832° - 52,390° = 0,442	0° Y=5,85%
43,699° - 43,307° = 0,392	0° Y=11,71%
41,195° - 40,950° = 0,245	0° Y=6,69%
39,182° - 38,789° = 0,393	0° Y=6,69%
38,151° - 37,758° = 0,393	0° Y=5,44%
35,401° - 35,058° = 0,343	0° Y=13,07%
33,536° - 33,241° = 0,295	0° Y=4,60%
31,768° - 31,473° = 0,295	0° Y=7,95%
26,563° - 26,318° = 0,245	0° Y=10,30%

13.11.2002. ch DISTANCE	13.11.2002 5mm (Max C. 2703)
60,885° - 60,737° = 0,148	0,050° Y=2,51%
57,840° - 57,349° = 0,491	0,051° Y=11,30%
52,832° - 52,390° = 0,442	0° Y=10,45%
43,699° - 43,307° = 0,392	0,051° Y=22,58%
41,195° - 40,950° = 0,245	0,049° Y=11,32 %
39,182° - 38,789° = 0,393	0,196° Y=9,20%
38,151° - 37,758° = 0,393	0,147° Y=10,04%
35,401° - 35,058° = 0,343	0,049° Y=27,19%
33,536° - 33,241° = 0,295	0,099° Y=11,30%
31,768° - 31,473° = 0,295	0,098° Y=11,71 %
26,563° - 26,318° = 0,245	0,049° Y=19,24%

6.1.5 Abbildungen: Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Abstände ‚Erreger – Fühler‘ und unterschiedlicher Morphologie der untersuchten Proben

Versuch am 3. April 2003. Unterschied zwischen den Paaraufnahmen der Röntgenbeugung der präparierten (Kapitel 2.1.3) Isolatorenkeramik [107] an einer weiteren Stelle (SPOT 1) bei konstanter Dauer der optischen Heizung und bei veränderbarer Distanz (um den gegebenen Betrag). Anschließender Vergleich dieser Aufnahmen mit jener Aufnahme, die die maximale Laserleistung Dauer der optischen Heizung repräsentiert (cold-hot, ch).

03.04.2003 ch DISTANCE

77,633° - 76,997° = 0,636

68,944° - 68,449° = 0,495°

67,390° - 66,754° = 0,636°

58,419° - 57,995° = 0,424 °

53,403° - 53,050° = 0,353°

44,291° - 44,008° = 0,283°

41,889° - 41,536° = 0,353°

36,097° - 35,885° = 0,212°

27,549° - 26,267° = 0,282°

03.04.2003 2,5mm (North) SPOT-1

0,424° Y=1,57%

0,283° Y= 3,54%

0,495° Y=2,36%

0,280° Y=10%

0,282° Y=0,78 %

0,283° Y=1,18%

0,212° Y=2,37 %

0,212° Y=5,12%

0,282° Y=0%

03.04.2003 ch DISTANCE

77,633° - 76,997° = 0,636

68,944° - 68,449° = 0,495°

67,390° - 66,754° = 0,636°

58,419° - 57,995° = 0,424 °

53,403° - 53,050° = 0,353°

44,291° - 44,008° = 0,283°

41,889° - 41,536° = 0,353°

36,097° - 35,885° = 0,212°

27,549° - 26,267° = 0,282°

03.04.2003 5mm (North) SPOT-1

0,286° Y=1,57%

0,144° Y= 3,54%

0,286° Y=2,36%

0,140° Y=7,08%

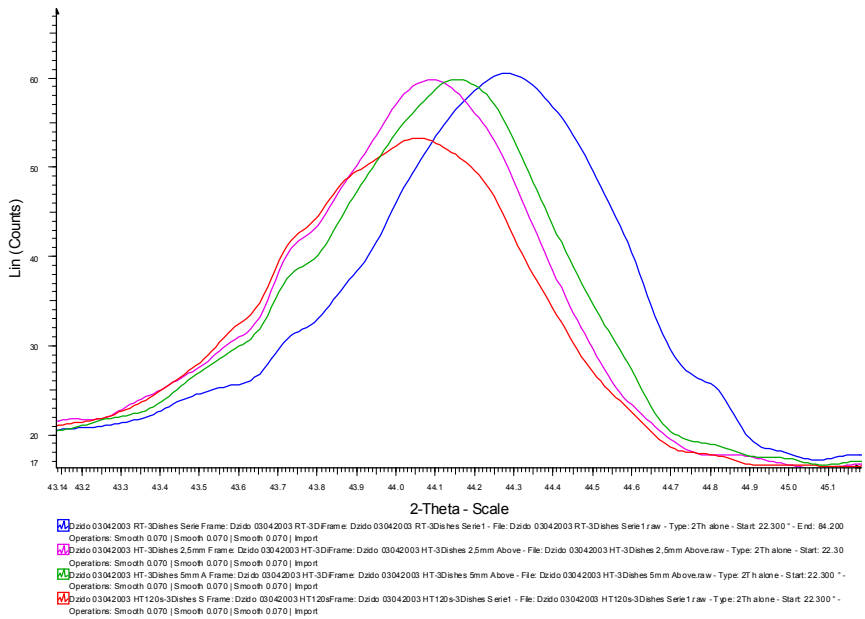
0,144° Y=0,78 %

0,143° Y=1,18%

0,212° Y=2,37 %

0,143° Y=5,12%

0,282° Y=0%



6.1.6 Abbildungen: Unterschiedlich aufgezeichnete Beugungsmuster aufgrund unterschiedlicher Abstände Erreger – Fühler und unterschiedlicher Morphologie der untersuchten Proben

Versuch am 3. April 2003. Unterschied zwischen den Paaraufnahmen der Röntgenbeugung der präparierten (Kapitel 3.1.3) Isolatorenkeramik [107] an einer neuen Stelle (SPOT 3) bei konstanter Dauer der optischen Heizung und bei veränderbarer Distanz (um den gegebenen Betrag). Anschließender Vergleich dieser Aufnahmen mit jener Aufnahme, die die maximale Laserleistung und Dauer der optischen Heizung repräsentiert (cold-hot, ch).

03.04.2003 ch DISTANCE

77,684° - 77,056° = 0,628

69,030° - 68,611° = 0,419°

67,285° - 66,866° = 0,419°

58,420° - 58,081° = 0,339 °

53,465° - 53,116° = 0,349°

44,252° - 44,042° = 0,210°

41,878° - 41,669° = 0,209°

36,085° - 35,946° = 0,139°

27,500° - 26,151° = 0,349°

03.04.2003 2,5mm (North) SPOT-3

0,349° Y=0%

0,280° Y= 0,8%

0,280° Y=2,81%

0,209° Y=3,22%

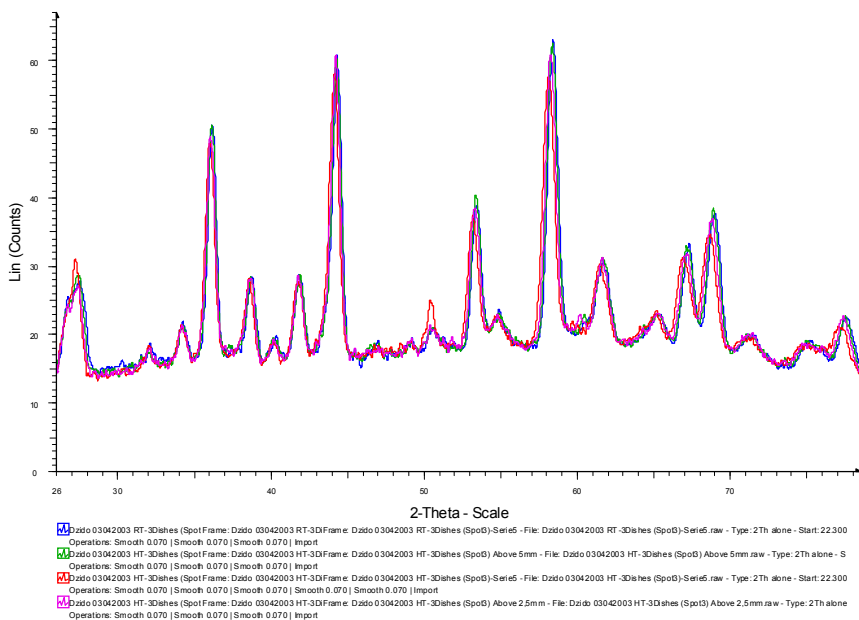
0,210° Y=0,8 %

0,070° Y=0,0%

0,139° Y=0,0 %

0,139° Y=7,42%

0,139° Y=0%

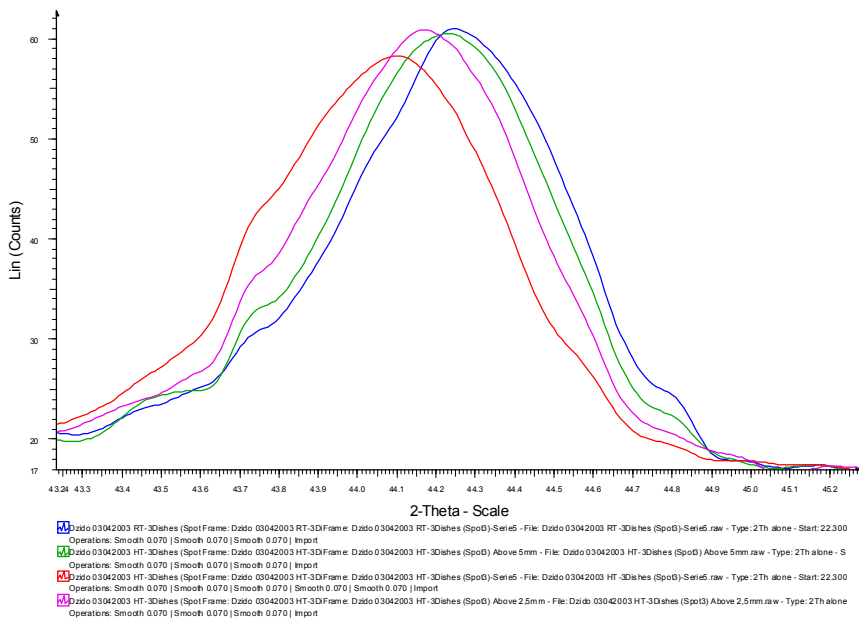


03.04.2003 ch DISTANCE

$77,684^{\circ} - 77,056^{\circ} = 0,628$
 $69,030^{\circ} - 68,611^{\circ} = 0,419^{\circ}$
 $67,285^{\circ} - 66,866^{\circ} = 0,419^{\circ}$
 $58,420^{\circ} - 58,081^{\circ} = 0,339^{\circ}$
 $53,465^{\circ} - 53,116^{\circ} = 0,349^{\circ}$
 $44,252^{\circ} - 44,042^{\circ} = 0,210^{\circ}$
 $41,878^{\circ} - 41,669^{\circ} = 0,209^{\circ}$
 $36,085^{\circ} - 35,946^{\circ} = 0,139^{\circ}$
 $27,500^{\circ} - 26,151^{\circ} = 0,349^{\circ}$

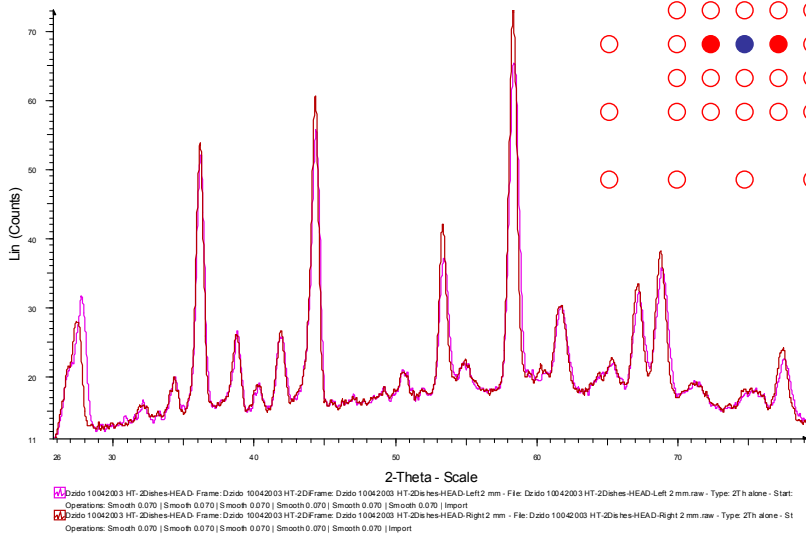
03.04.2003 5mm (North) SPOT-3

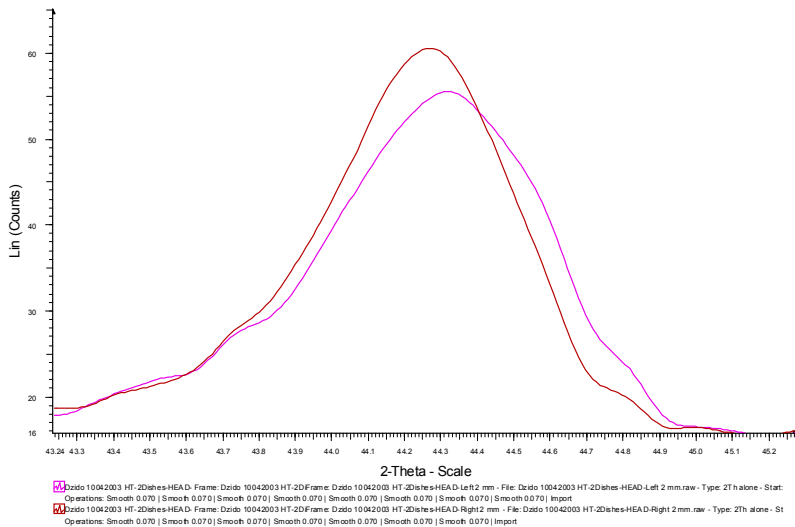
$0,139^{\circ} Y=0\%$
 $0,210^{\circ} Y=0,8\%$
 $0,210^{\circ} Y=2,81\%$
 $0,069^{\circ} Y=3,22\%$
 $0,140^{\circ} Y=0,8\%$
 $0,00^{\circ} Y=0,0\%$
 $0,069^{\circ} Y=0,0\%$
 $0,139^{\circ} Y=7,42\%$
 $0,139^{\circ} Y=0\%$



6.1.7 Abbildungen: Messkonstellation ,West – East’ (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)

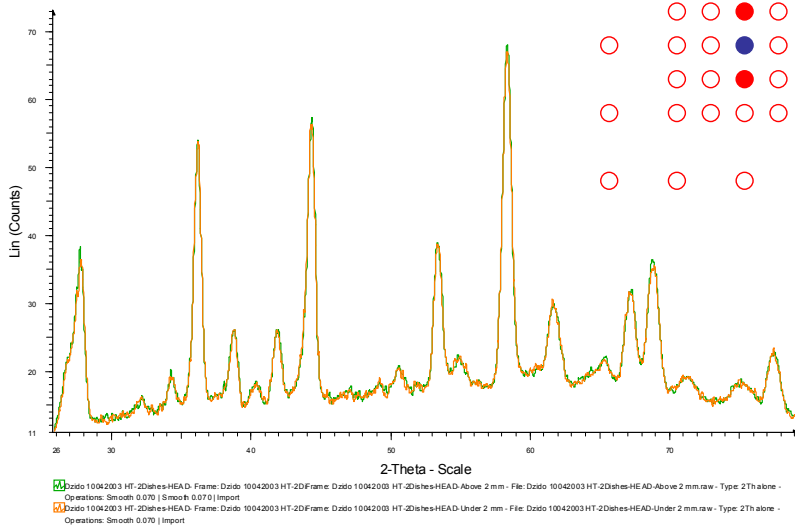
10.04.2003 EAST WEST 2,5mm

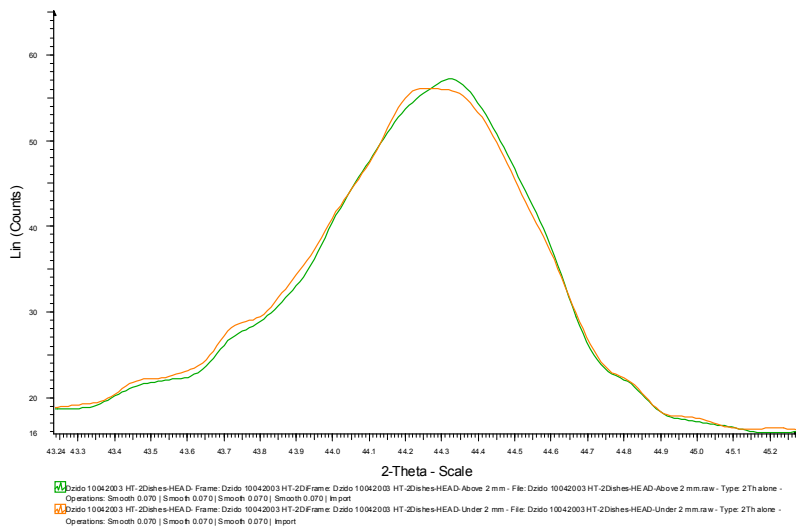




6.1.8 Abbildungen: Messkonstellation 'North – South' (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)

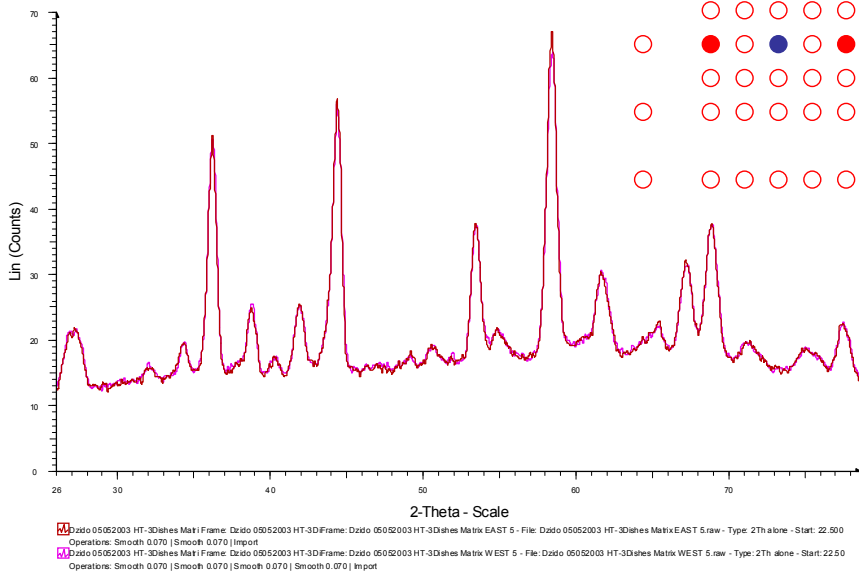
10.04.2003 NORTH SOUTH 2,5mm

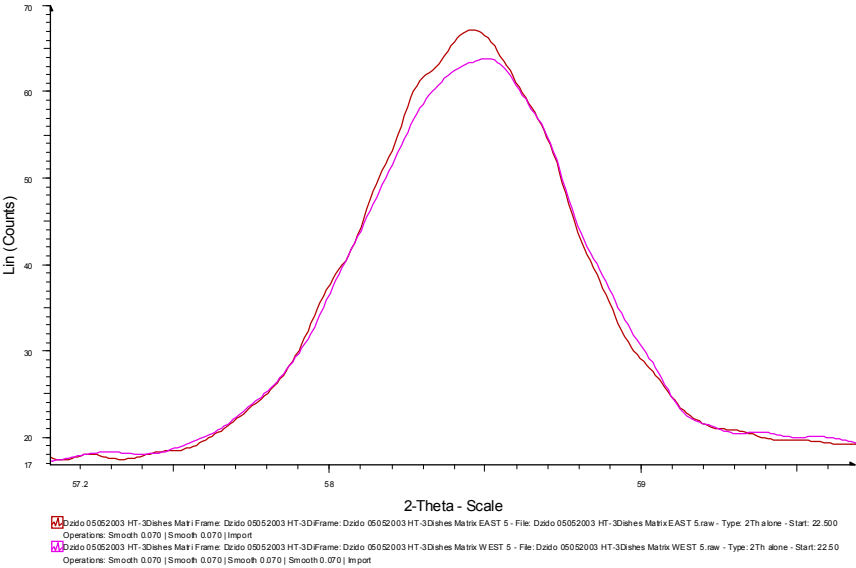




6.1.9 Abbildungen: Messkonstellation ‚East-West‘ (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)

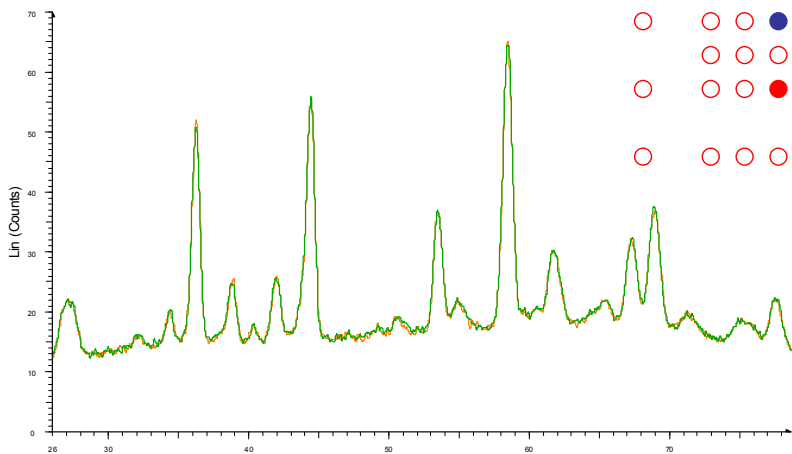
05.05.2003 EAST WEST (5mm)





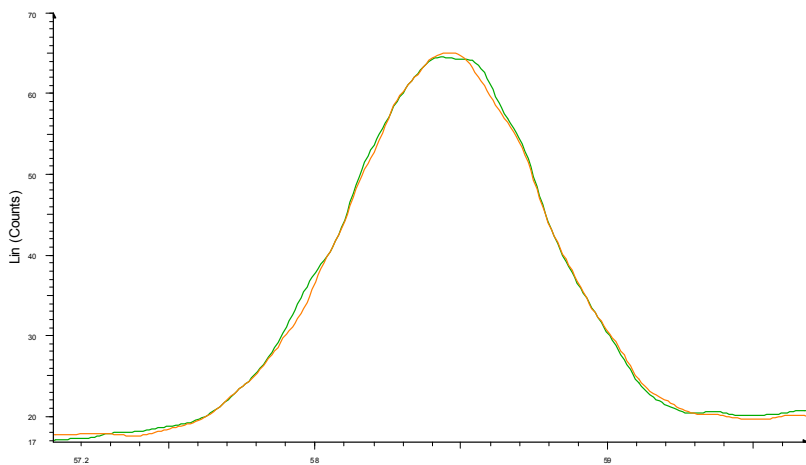
6.1.10 Abbildungen: Messkonstellation ‚North – South‘ (Röntgenstrahl fokussiert oberhalb der Objektoberfläche)

05.05.2003 NORTH SOUTH (5mm)



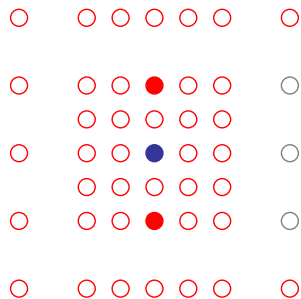
2-Theta - Scale

Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr Frame: Dzido 05052003 HT-3DFrame: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr NORTH 5 - File: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr NORTH 5.raw - Type: 2Th alone - Start: 22
Operations: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import
Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr Frame: Dzido 05052003 HT-3DFrame: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr SOUTH 5 - File: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr SOUTH 5.raw - Type: 2Th alone - Start: 22
Operations: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import



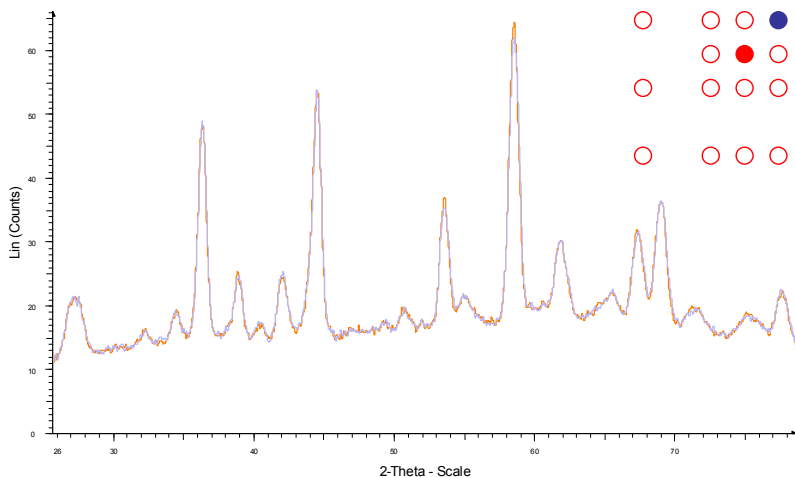
2-Theta - Scale

Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr Frame: Dzido 05052003 HT-3DFrame: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr NORTH 5 - File: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr NORTH 5.raw - Type: 2Th alone - Start: 22
Operations: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import
Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr Frame: Dzido 05052003 HT-3DFrame: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr SOUTH 5 - File: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matr SOUTH 5.raw - Type: 2Th alone - Start: 22
Operations: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import

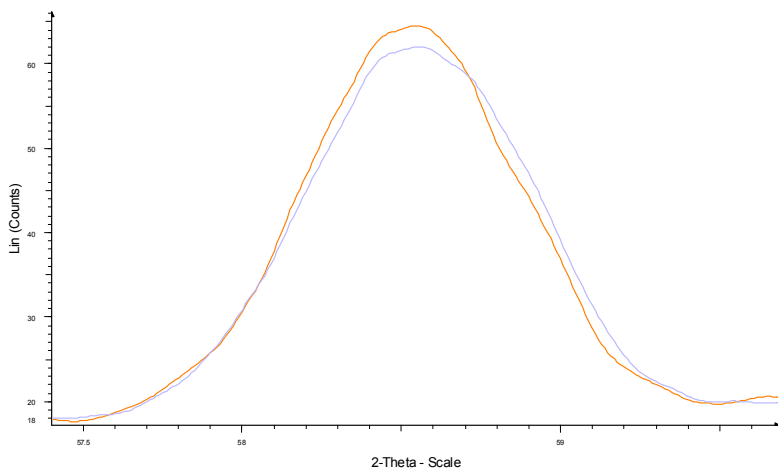


6.1.11 Verschiedene Messkonstellationen während der Versetzung des Laserstrahls zu dem Punkt, der durch die Begungsmethode erfasst wurde

05.05.2003 NE (2,5) SW(2,5) (2.5mm, 2,5mm)

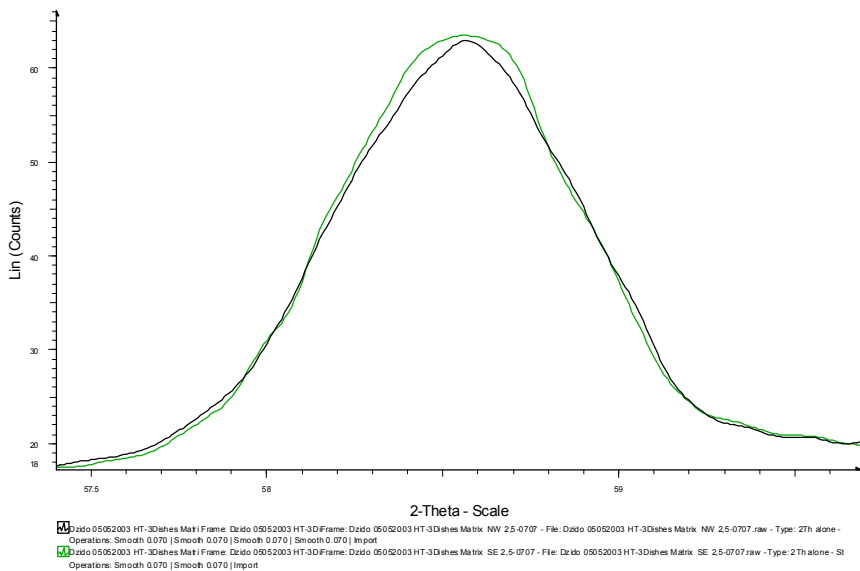
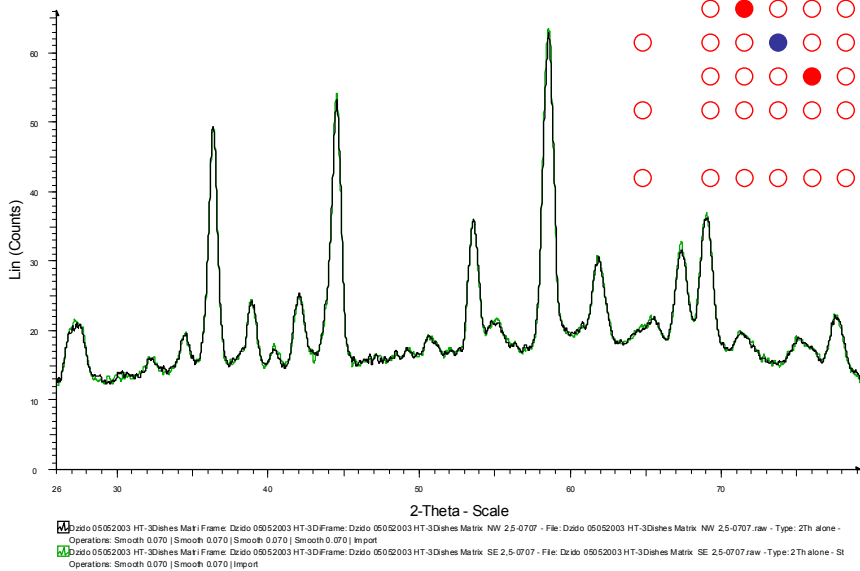


Dzido 05052003 HT-3Dishes Matl Frame: Dzido 05052003 HT-3DFrame: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matrix NE 2.5-0707 - File: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matrix NE 2.5-0707.raw - Type: 2Th alone - St
Operations: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import
Dzido 05052003 HT-3Dishes Matl Frame: Dzido 05052003 HT-3DFrame: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matrix SW 2.5-0707 - File: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matrix SW 2.5-0707.raw - Type: 2Th alone - S
Operations: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import

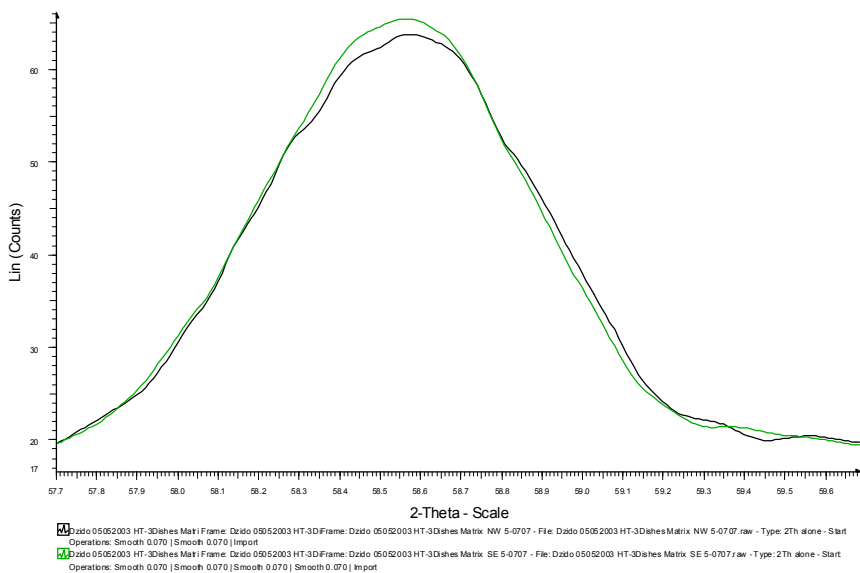
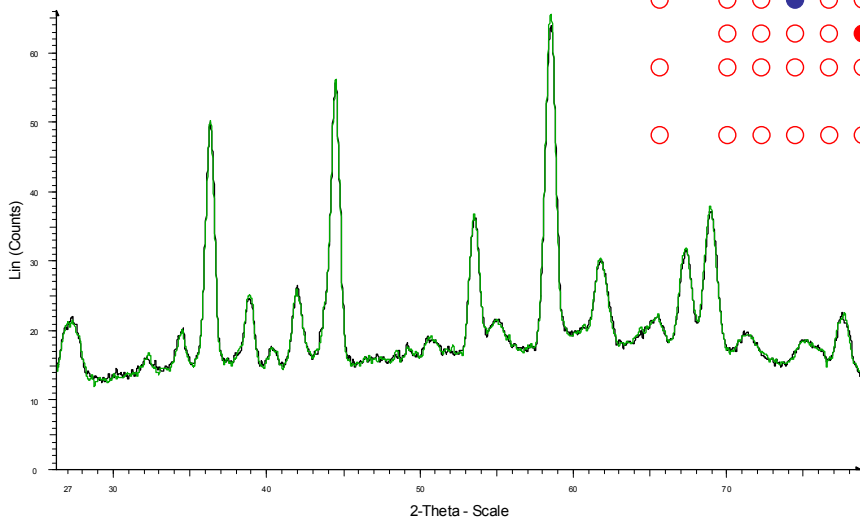


Dzido 05052003 HT-3Dishes Matl Frame: Dzido 05052003 HT-3DFrame: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matrix NE 2.5-0707 - File: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matrix NE 2.5-0707.raw - Type: 2Th alone - St
Operations: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import
Dzido 05052003 HT-3Dishes Matl Frame: Dzido 05052003 HT-3DFrame: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matrix SW 2.5-0707 - File: Dzido 05052003 HT-3Dishes Matrix SW 2.5-0707.raw - Type: 2Th alone - S
Operations: Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Smooth 0.070 | Import

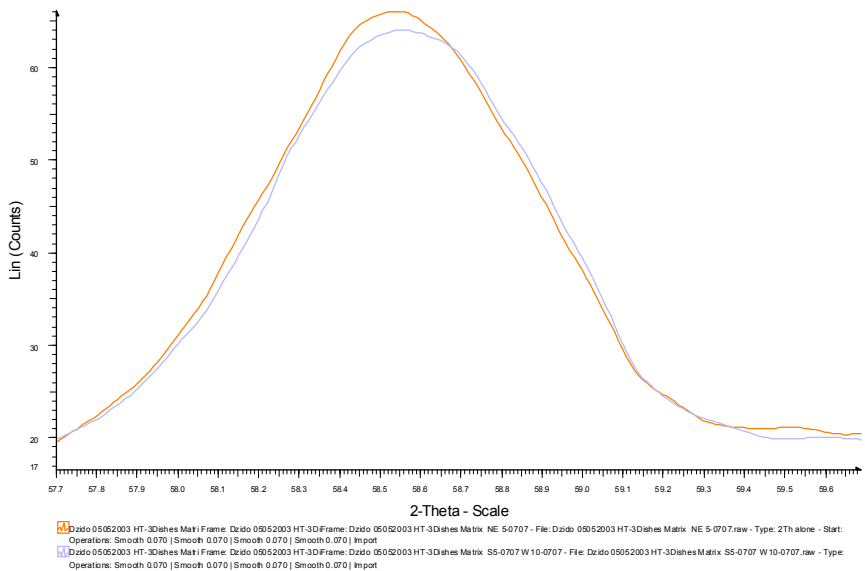
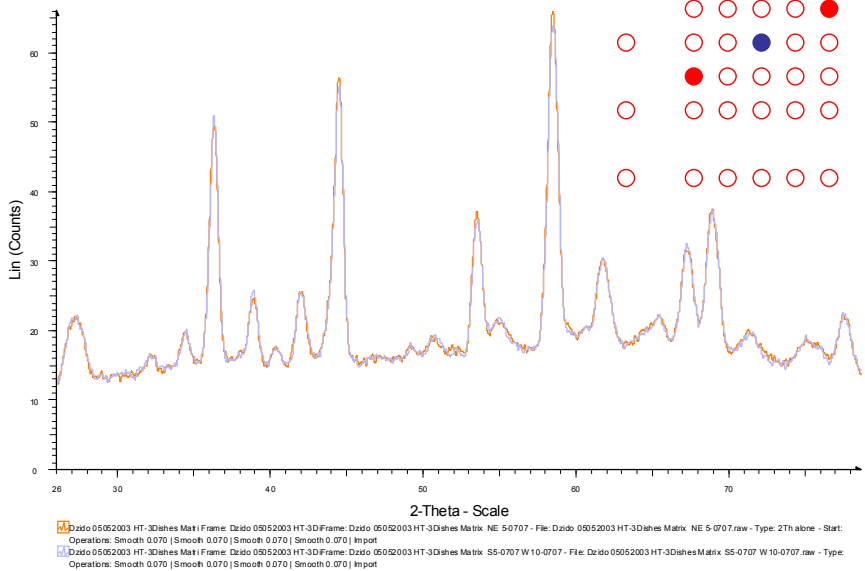
05.05.2003 NW (2,5) SE(2,5) (2.5mm 2.5mm)



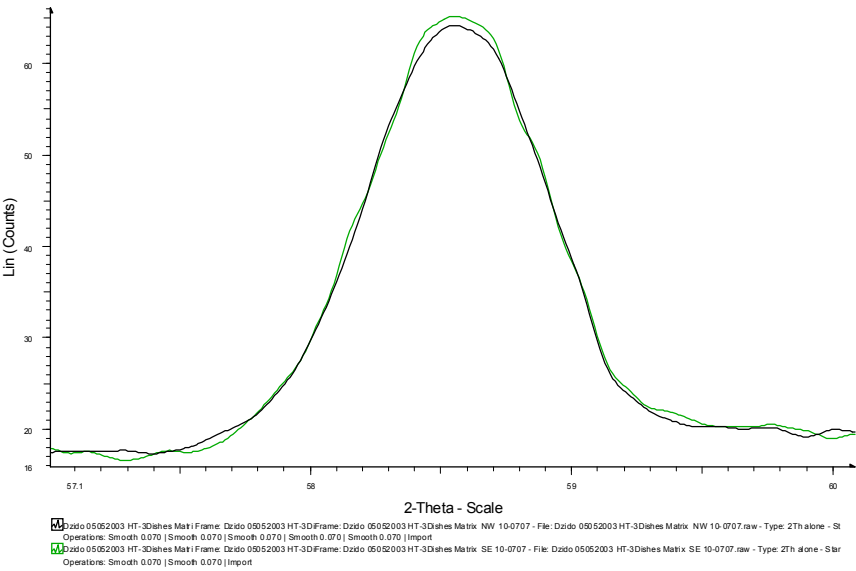
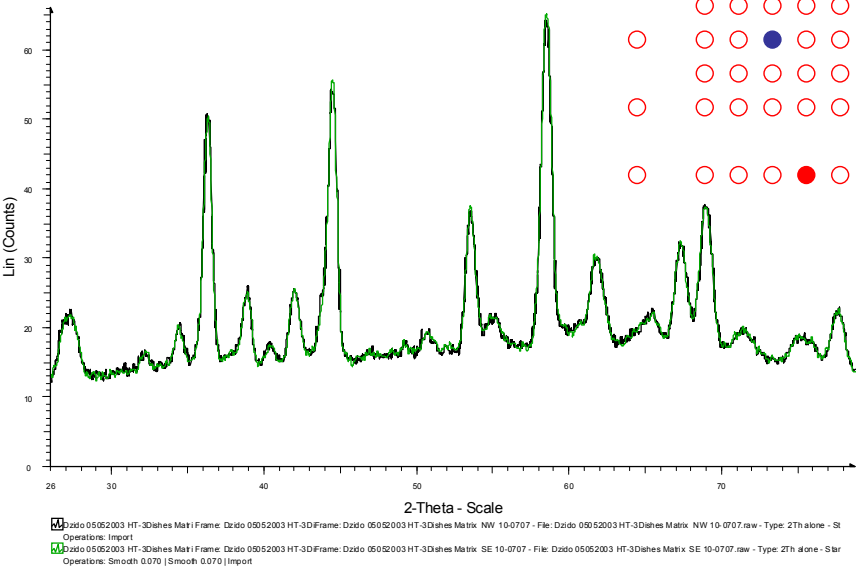
05.05.2003 NW (5 – 2.5) SE(5 – 2.5) (5mm, 2.5mm)



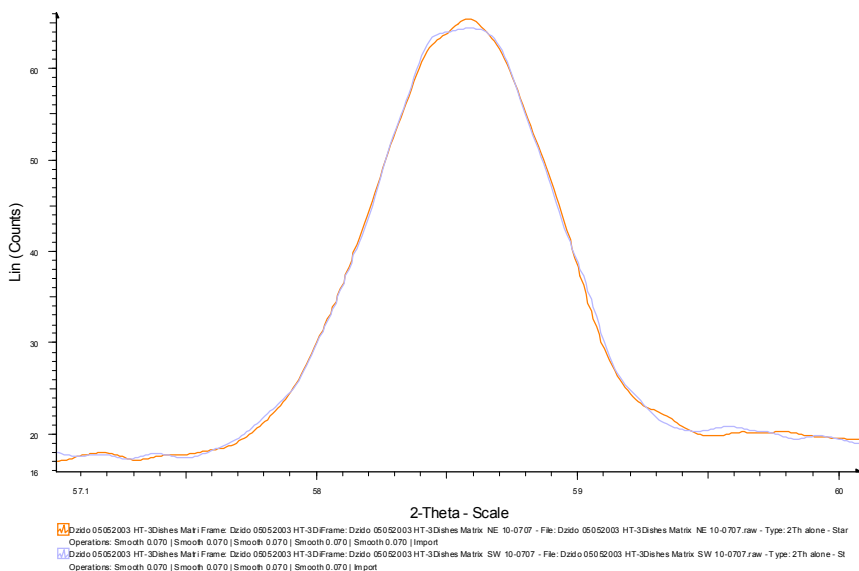
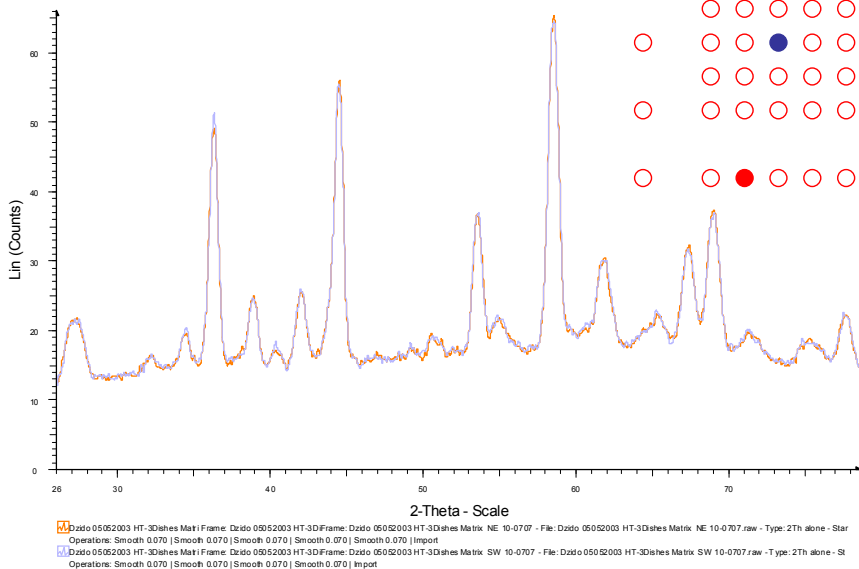
05.05.2003 NE (5 – 2.5) SW(5 – 2.5) (5mm, 2.5)



05.05.2003 NW (10 – 2.5) SE(10 – 2.5) (10mm, 2.5mm)



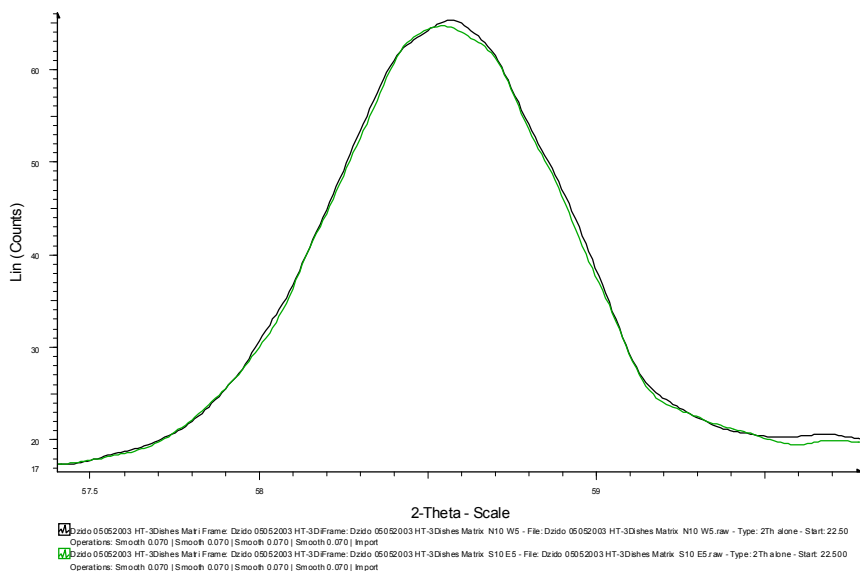
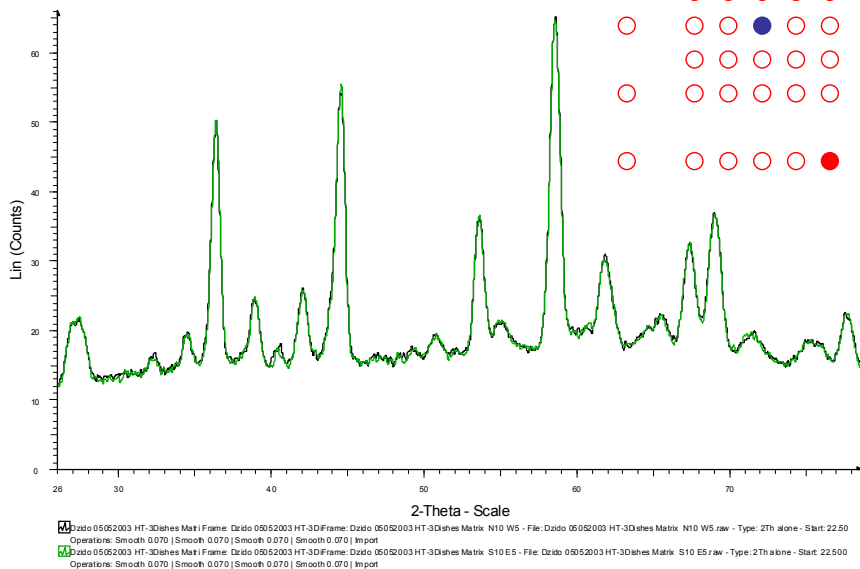
05.05.2003 NE (10 – 2.5) SW(10 – 2.5) (10mm, 2.5mm)



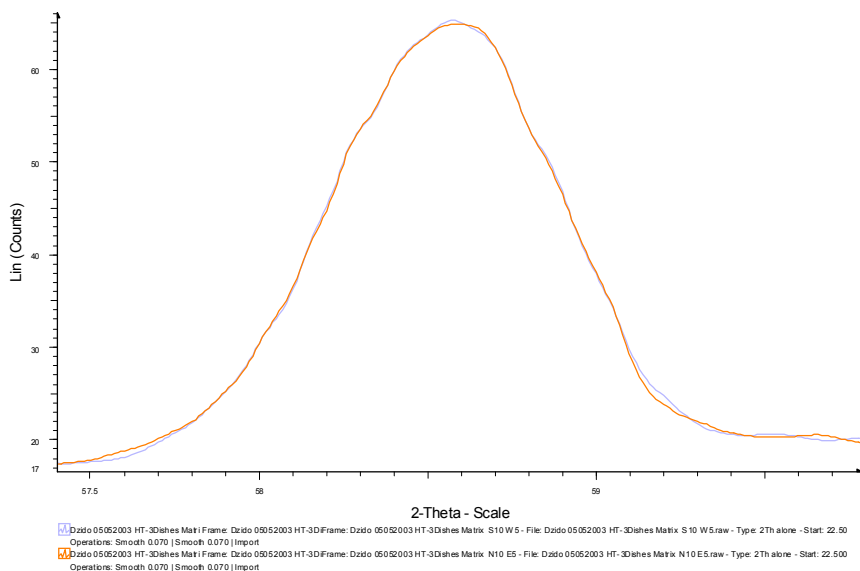
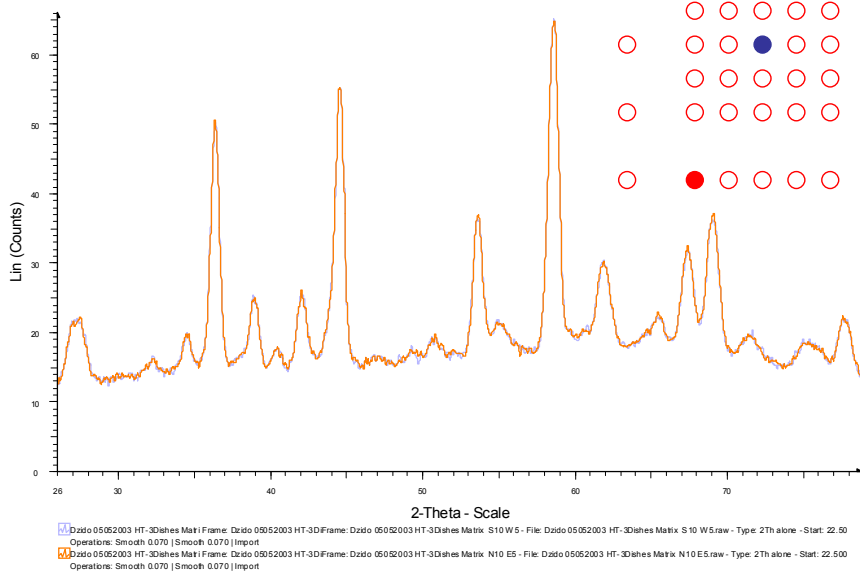
Anhang

05.05.2003 NW (10-5) SE(10-5)

(10mm, 5mm)



05.05.2003 NE (10–5) SW(10–5) (10mm, 5mm)



6.2 Elektromagnetische Wellen⁴

Die allerersten Erfahrungen mit der Handhabung elektromagnetischer Wellen machte der Mensch mit einem vertrauten, alten Stoff, nämlich mit dem sichtbaren Licht [2]. Davon zeugen Spiegel, gefertigt aus poliertem Kupfer und polierter Bronze, die in der Nähe der Pyramide des Pharaos Sesostri II. (ca. 1900 v. Chr.) im Nital gefunden wurden [3]. Weitere menschliche Neugier bezüglich dieser natürlichen Erscheinung halten altgriechische Philosophen fest. Euklid, der in seinem Buch *Catoptrics* (300 v. Chr.) das Reflexionsgesetz formulierte, Plato, der in seinem Werk *Staat* über „... das auffällige Abknicken von teilweise in Wasser getauchten Gegenständen ...“ berichtete, Cleomedes (50 n. Chr.), der die Brechung beobachtete und Claudius Ptolemaios von Alexandria (150 n. Chr.), der dieses Phänomen weiter erforschte und eine tabellarische Übersicht von Brechungsindizes für verschiedene Medien in einer Form, die heutigen modernen Analysen entspricht, erstellte.

Später, arbeitete einer von vielen Gelehrten der arabischen Welt, Al-Hazen Ibn u'L Haitham (965–1038), um das Jahr 1000 weiter am Reflexionsgesetz, legte die Einfallswinkel und Reflexionswinkel in eine Ebene, die senkrecht zur Grenzfläche zweier Medien stand, studierte Kugel- und Parabolspiegel. In seinem Werk *De Aspectibus* schreibt er (was überhaupt die erste solche Bemerkung ist), dass beim Sehen keine Strahlen vom Auge ausgehen (wie man bis dahin dachte), sondern dass die Lichtstrahlen von den Objekten im Auge gebrochen und dann physiologisch verarbeitet werden [137].

Generell haben die Betrachtungen von Phänomenen mit Licht ab der Zeit des Johannes Keppler (1571–1630) immer öfter die Charakteristik, die auch eine moderne wissenschaftliche Untersuchung auszeichnet. In seiner Veröffentlichung *Dioptrice* (1611) beschreibt Keppler das Gesetz zur Totalreflexion.

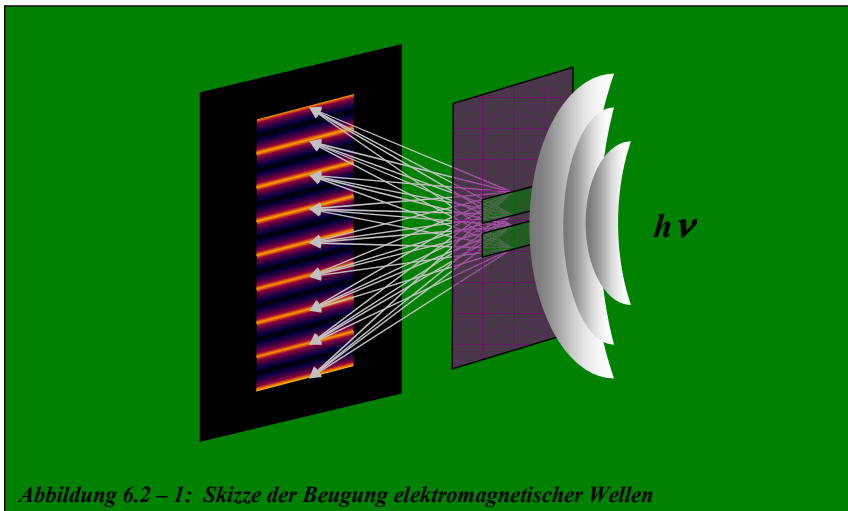
Der französische Mathematiker, Physiker und Philosoph René Descartes (1596–1650) bringt die endgültige Formulierung des Brechungsgesetzes mit den trigonometrischen Funktionen in die Form, die uns heute bekannt ist.

Im Gegensatz zu seinem Zeitgenossen Descartes kommt Christian Huygens (1629–1695) zu dem Schluss, dass das Licht sich beim Eintritt in dichtere Medien erheblich verlangsamen muss. (Viel später fand dies Bestätigung in dem Experiment des französischen

⁴ Die zwei für die Entwicklung der dargestellten Materialprüfung benutzten zerstörungsfreien Untersuchungsmethoden sind (für die Betrachtung) die angewandte Röntgenwellen, die in der Form eines kollimierten dünnen Strahls an der Oberfläche des Prüflings gebeugt werden, und (für die Erregung) die optische Erhitzung mittels eines CO₂-Lasers, dessen Strahl im infraroten Bereich liegt. Bei diesen beiden experimentellen Mechanismen, die simultan angewendet wurden, kommt eine ‚kontaktlose‘ Energieübertragung mittels elektromagnetischer Strahlung zu Stande. Demzufolge wird Kapitel 6.2 eingeführt, in dem einerseits allgemein über die elektromagnetischen Wellen berichtet wird.

Wissenschaftlers Jean Bernard Léon Foucault (1819–1868). Dieser ermittelte 1850 im Rahmen seiner Dissertation an der französischen Akademie der Wissenschaften, dass die Geschwindigkeit von (Licht-)Wellen im Wasser geringer als in der Luft ist). Huygens war in der Lage, die Reflexion- und Brechungsgesetze mittels seiner Wellentheorie zu erklären und experimentierte mit der Doppelbrechung im Kalkspat, als er die Polarisation [3] entdeckte.

Die Beugung [2, 3], die eigentlich eine Ablenkung von einer geradlinigen Fortpflanzung bedeutet, wenn die elektromagnetischen Wellen um ein Hindernis laufen, wurde erstmals auf der ältesten italienischen Universität in Bologna von Professor Francesco Maria Grimaldi (1618–1663) untersucht. Genau wie Professor Grimaldi experimentierte Robert Hooke (1635–1703) von der Londoner Royal Society mit dem Licht, nicht wissend (wie auch andere Forscher vor ihm), dass diese Erscheinungen prinzipiell für andere elektromagnetische Wellen ebenfalls gelten. Im Unterschied zu Grimaldi beobachtete Hooke keinen runden Stab im weißen Lichtstrahl, sondern ein belichtetes Band (Abbildung 6.2–1) mit schlitzzartigen, parallelen Öffnungen.



Auf der Leinwand bekam er farbige Interferenzmuster und verdunkelte Zonen destruktiver Interferenz zu sehen und in seiner Schrift *Micrographia* (1665) beschreibt er richtig, dass diese Vorkommnisse die Folge der Wechselwirkung der oberen und unteren Lichtschicht sind, die durch die Schlitze hindurch gingen. Ähnlich wie Descartes hält er es für möglich, dass das Licht eigentlich eine „schnelle Vibration des Mediums sei, die sich mit sehr großer Geschwindigkeit fortpflanzt“. Hookes Mutmaßung, „... jeder Stoß oder jede Schwingung des leuchtenden Körpers erzeuge eine Sphäre...“, bedeutet den Keim der Wellentheorie.

Fast hundertfünfzig Jahre nach den Experimenten von Hooke ist die Royal Society wieder ‚in der erste Reihe der Wissenschaft‘. In einer Folge von Auftritten 1801, 1802 und 1803 vor dieser Institution nutzte Dr. Thomas Young [3] (1773–1829) die Theorie der Wellen zur Darstellung der Interferenz als fundamentales Konzept: „... stimmen zwei Wellenbewegungen verschiedener Ursprünge entweder genau oder fast genau in einer Richtung überein, so ist der gemeinsame Effekt eine Zusammensetzung der Bewegungen, die zu jeder einzelnen Welle gehören ...“

Die Wellentheorie von Christian Huygens und das Interferenzprinzip von Dr. Thomas Young Augustin vereinigend, determinierte Jean Fresnel (1788–1827) auf diese Weise die allgemeine Fortpflanzungsweise von elektromagnetischen Wellen durch ein Dielektrikum.

Die Art der Fortpflanzung einer (elektromagnetischen) Primärwelle ist nämlich als eine Folge von hervorgerufenen Kugelwellen zu sehen, die sich überlagern und konstruktiv interferieren. Schon im nächsten Moment bilden konstruktive Interferenzen der elementaren Kugelwellen eine weitere Primärwelle (solche Wellenfronten sind den longitudinalen Schalwellen in der Luft analog).

Die experimentellen Untersuchungen in der Mitte und am Ende des neunzehnten Jahrhunderts, die auf der Bestrebung basierten, die Lichtgeschwindigkeit zu ermitteln, erbrachten die Erfahrung, dass das Licht Teil des elektromagnetischen Spektrums ist.

Eine für jene Zeit genaue experimentelle Bestimmung der Lichtgeschwindigkeit hat 1849 der französische Wissenschaftler Armand Hippolyte Louis Fizeau (1819–1896) durchgeführt und dabei einen Wert von 315.300 km/s bekommen [3]. Da er sich von der (ultimativen) Überlegenheit der von ihm angewandten genialen mathematischen Werkzeuge selbst überzeugen wollte (mit denen er die Ausbreitungsart des elektromagnetischen Felds postulierte), benutzte James Clerk Maxwell (1831–1879) die auf empirische Weise von Fizeau ermittelten Werte, um die magnetischen und elektrischen Eigenschaften eines Mediums wiederzugeben. Nachdem er die konkreten Zahlenwerte angewandt hatte, bekam er den berechneten Wert für die Geschwindigkeit der elektromagnetischen Wellen, der dem von Fizeau recht nah lag. „... Licht ist eine elektromagnetische Störung (des Substrats) in Form von Wellen, die sich durch den *Äther* fortpflanzt ...“, [3] sagte Maxwell nach seinem mathematischen Unternehmen aus.

Allerdings stellte er sich wie die Forscher der damaligen Zeit vor, dass sich die elektromagnetischen Wellen, wie auch sonst alle Wellen, durch eine Trägersubstanz von der Quelle zum Betrachter ausbreiten sollten. Allerdings müsste dann „der Äther“, wie dieses Medium genannt wurde, recht seltsame Eigenschaften besitzen. Einerseits wäre er sehr dünn

um Bewegungen der Himmelskörper zu ermöglichen. Andererseits sollte Äther ausreichend viskos sein um die ziemlich hohen Schwingungen des Lichts (z. B. ~ 1000 GHz) ohne dauerhaften Veränderungen auszuhalten. Um die Existenz eines solchen transparenten Mediums festzustellen (das die elektromagnetischen Wellen trägt), war die relative Geschwindigkeit der Erde zum ‚Äther‘ zu ermitteln. Eine Abweichung in der Lichtgeschwindigkeit war das meist gesuchte Ergebnis.

Nach der Idee von Maxwell führte der amerikanische Wissenschaftler Albert Abraham Michelson (1852–1931), Professor für Physik in Cleveland, zusammen mit Chemieprofessor Edward Williams Morley (1838–1923) einen Versuch zum Feststellen der relativen Erdgeschwindigkeit zum ‚Äther‘ zweimal im Abstand von sieben Jahren durch:

“ ... eine Relativbewegung zwischen Erde und Äther, falls es sie gibt, ist so klein, klein genug, um der Abberationstheorie von Fresnel zu entsprechen ...“, berichtete später das Michelson-Morley-Experimentergebnis.

Die ersten Mutmaßungen, dass es einen ‚Lichtäther‘ überhaupt nicht gibt, äußerte 1900 Jules Henri Poincaré (1854–1912) und Albert Einstein (1879–1955) kommentiert 1905 sogar, dass so ein Medium überhaupt nicht benötigt wird.

Anstatt eines Trägermediums etablierte sich eine neue Manifestation der Materie und ihres Zustands, nämlich des physikalischen Kraftfelds bzw. konkret das elektromagnetische Feld.

Eine Revolution im wissenschaftlichen Denken verursachte selbstverständlich die 1900 seitens Max Karl Ernst Ludwig Planck (1858–1947) eingeleitete Quantenmechanik, die ein sinnvolles Plateau für weitere Theorieentwicklungen bedeutete. Einstein präsentierte 1905, auf Plancks Theorie basierend, eine neue korpuskulare Natur elektromagnetischer Wellen, die aus Energiequanten, den Photonen^[138], bestehen sollten, deren (große) Energie von ihrer (hohen) Frequenz abhängig ist. Somit begann ein Dualismus die Phänomene, die mit der elektromagnetischen Strahlungsenergie zu tun haben, unausweichlich zu prägen. Ist die Energie solcher Quanten klein (wie bei Licht oder einer Radiowelle), so ist die Photonenanzahl sehr hoch und die Feldtheorie kann als Phänomenologie angewendet werden.

Mit den brillanten Schritten von hervorragenden Wissenschaftlerinnen und Wissenschaftlern, besonders in den letzten 100 Jahren, die neue Zusammenhänge postulierten, kam die Menschheit aus dem ‚alchemistischen‘ Zeitalter zu einer modernen Erkundungs- und Betrachtungsweise dieser besonderen und für uns so wichtigen natürlichen Vorkommnisse. In ihrer Bedeutung sind das elektromagnetische Feld und die Gesamtheit aller zugehörigen Erscheinungen ein pan-naturwissenschaftliches Ereignis, das sogar einigen

neuphilosophischen Weltanschauungen als Werkzeug dient. Und das alte ‚Fortpflanzungsmedium‘ für elektromagnetische Wellen dient nur noch einigen Radio- und Fernsehmoderatorinnen und -moderatoren als Redewendung, die ihre Nachrichten immer noch ‚durch den Äther‘ schicken möchten.

6.2.1 Elektromagnetische Strahlung und Materie

Die Unterschiede zwischen elektromagnetischen Strahlungen werden durch deren Frequenz und Wellenlänge gekennzeichnet. Diese Merkmale, die Strahlungen unterschiedlich machen, werden besonders gut erkennbar, wenn diese mit der Materie in der Wechselwirkung treten, obwohl alle elektromagnetischen Wellen sich mit gleicher Geschwindigkeit ausbreiten.

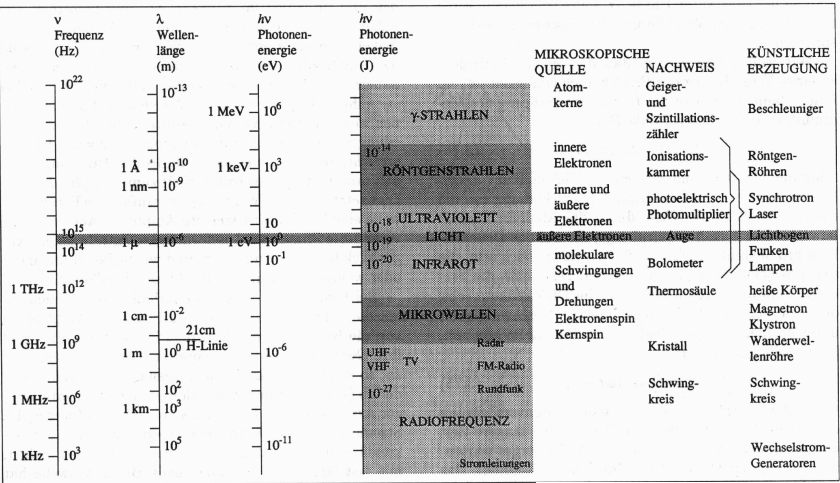


Abbildung 6.2.1 – 1:
Das elektromagnetische Spektrum

Gerade hier kann die klassische Erklärung, die so elegant die Fortpflanzungsweise der elektromagnetischen Wellen im Vakuum erklärt, uns keine weitere Antwort geben.

Einige Experimente, die durchgeführt wurden, um die Ausbreitung der elektromagnetischen Wellen zu belegen, waren auch durch die Phänomene ‚verfolgt‘, die auf die Wechselwirkung dieser mit der Materie basieren. Noch während seines Versuchs bemerkte Heinrich Hertz, dass die Funken an der offenen Stelle der sekundären Schleife des Empfängers elektromagnetischer Wellen stärker ausgeprägt sind, die mit UV-Licht bestrahlt wurde (Abbildung 6.2.1 –2).

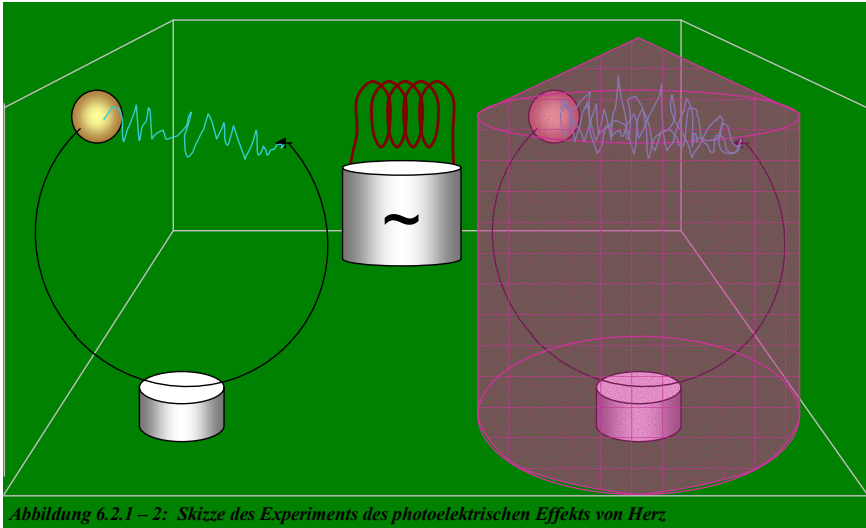
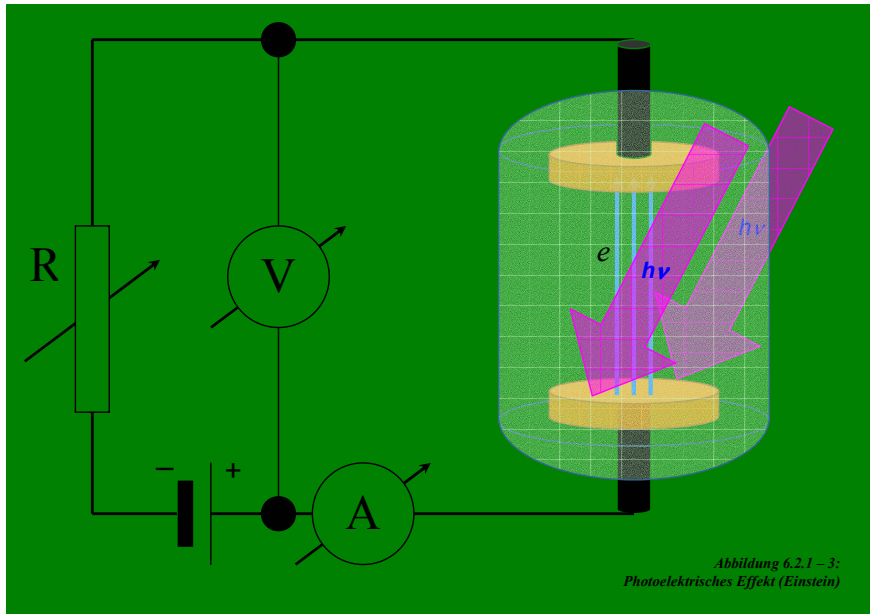


Abbildung 6.2.1 – 2: Skizze des Experiments des photoelektrischen Effekts von Herz

Andere Forscher und Wissenschaftler bemerkten in ihren Experimenten weitere diesem Phänomen entsprechende Ereignisse. So stellte Wilhelm Hallwachs (1859-1922) fest, dass aus den ähnlich beleuchteten Oberflächen von Zink, Natrium oder Kalium die negativen Ladungen herauspringen [3]. Das Wort ‚Photoelektronen‘ benutzte (zuerst) Phillip Eduard Anton von Lenard (1862-1947), ein Kollege von Prof. Heinrich Hertz. Er beschloss, dass die verstärkte Funkenbildung auf die erhöhte Emission von Elektronen aus den Messingoberflächen der Empfängerschleife zurückzuführen sei und erkannte somit die indirekte Wirkung der UV-Strahlen. Die kinetische Energie, die ein von der Oberfläche ausgehendes Elektron mit der Geschwindigkeit v_{\max} besitzt, steht im Gleichgewicht mit der elektrischen Energie dieses Elektrons, die von der Grenzspannung V_0 des bestimmten Materials abhängt.

$$\frac{m_0 \cdot v_{\max}^2}{2} = q_e \cdot V_0 \quad (q_e = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{ As}) \quad (6.2.1 - 1)$$

1902 erzielte Lenard noch einen für die Zeit vor der Einstein’schen Erklärung des photoelektrischen Effekts bemerkenswerte Erkenntnis: Als er das elektrische Grenzpotential V_0 für verschiedene Materialien (Metalle) experimentell bestimmen wollte, bei dem der Photostrom gerade zu fließen beginnt, zeigte sich, dass sich auch bei siebzigfacher Erhöhung der Intensität bestimmter einfallender elektromagnetischer Wellen V_0 nicht verändert (oder, wie erwartet, verkleinert) hat. Eine Verzögerung des Photo-Stromes fand nach der Bestrahlung mit elektromagnetischen Wellen ebenfalls entgegen alle Erwartungen nicht statt.



Der Mechanismus dieses photoelektrischen Effekts [3] wird von Albert Einstein erklärt, indem er seine Aussage auf der Theorie von Max Planck aufbaut. Einsteins Ansatz war, dass die Energie in einem elektromagnetischen Strahlungsfeld bestimmter Frequenz sich nur in diskreten Mengen, den Quanten, ändern kann.

$$E = h \cdot \nu$$

$$h = 6,6256 \cdot 10^{-34} \text{ Js} \quad (6.2.1 - 2)$$

Ist die Energie solcher Quanten klein (wie bei Licht oder einer Radiowelle), so ist deren Anzahl sehr hoch und die Feldtheorie kann als Phänomenologie angewendet werden.

Die Quanten eines elektromagnetischen Feldes, die Photonen [138], unterscheidet von anderen Elementarteilchen eine wichtige Eigenschaft. Ihr Eigendrehimpuls ergibt sich als $n\hbar$ ($n \in \mathbb{N}_0$) im Unterschied zu anderen Elementarteilchen, deren Eigendrehimpuls als $\hbar/2$ ausgedrückt wird. Diese Charakteristik, dass der Eigenimpuls als eine mehrfache, ganzzahlige Planck'sche Konstante darstellbar ist, ist allen Quanten physikalischer Kraftfelder gemeinsam. So unterliegen sie dem Pauli'schen Ausschließungsprinzip nicht. Diese Tatsache erlaubt gleichen Photonen, in ihrem Strom gleiche Eigendrehimpulse zu haben.

Ein Elektron im Materialinneren, dessen Ursprungsatom ein Photon $h\nu$ absorbiert hat, wird auf dem Weg zur Oberfläche etwas von dieser Energie verlieren ($mv^2/2$). Nachdem dieses Elektron die Materialoberfläche verlassen hat, verliert es einen weiteren Teil dieser Energie Σ . Die mathematische Aussage systematisiert die physikalische Bedeutung der Energiebilanz in diesem Prozess:

$$\Sigma + \frac{mv^2}{2} = h\nu \quad (6.2.1 - 3)$$

Falls das Elektron zufällig an der Oberfläche ist, hat die zum Verlassen der Oberfläche benötigte Energie Σ ihr Minimum als Austrittsarbeit Σ_0 . Also herrscht für ein auf der Oberfläche befindliches Elektron, das aus dem Material mit einer Maximalaustrittsgeschwindigkeit austritt, die Gesetzmäßigkeit:

$$\Sigma_0 + \frac{mv_{\max}^2}{2} = h\nu \quad (6.2.1 - 4)$$

Die photoelektrische Gleichung Einsteins (6.2.1–4) stellte einen wissenschaftlichen Forschungsreiz dar und in vielen Experimenten, die nach ihrer Veröffentlichung folgten, wurde ihre Aussagekraft immer weiter bestätigt. 1928 wird so von den Amerikanern Lawrence und Beams eine Foto-Kehr-Zelle für das Erzeugen der Impulse des sichtbaren Lichts benutzt. Sie bewiesen, dass, falls es eine Verzögerung für einen photoelektrischen Effekt einer Elementarladung überhaupt noch gibt, diese kürzer als 10^{-8} s ist. Dies unterstützte letztendlich den Vorschlag Einsteins über die Aufteilung des elektromagnetischen Strahlungsfeld in die genau bestimmten Energiequanten. Denn, kürzer als diese Zeit oder gerade noch innerhalb dieses Interwalls, entwickelt sich Prozess, während dessen ein angeregtes Atom auf sein ursprüngliches Energieniveau spontan fällt und dabei ein Photon $h\nu$ emittiert.

Ein weiterer amerikanischer Physiker, Robert Andrews Millikan (1868–1953), führte eine langjährige Untersuchung durch, die das Ziel hatte, Einsteins Behauptungen zu untersuchen. In einer grafischen Darstellung präsentierte er eine (weitere) Bestätigung des Einstein'schen photoelektrischen Effekts.

Bei einer niedrigsten Frequenz ν_0 der elektromagnetischen Strahlung, die gerade noch einen Elektronaustritt hervorrufen kann, gibt es fast keine Austrittsgeschwindigkeit v_0 . Deshalb geht die Gleichung (6.2.1–4) in

$$\nu_0 = \frac{\Sigma_0}{h} \quad (6.2.1-5)$$

über.

So bekommt die photoelektrische Gleichung die Form:

$$\frac{mv_{\max}^2}{2} = h(\nu - \nu_0) \quad (6.2.1-6)$$

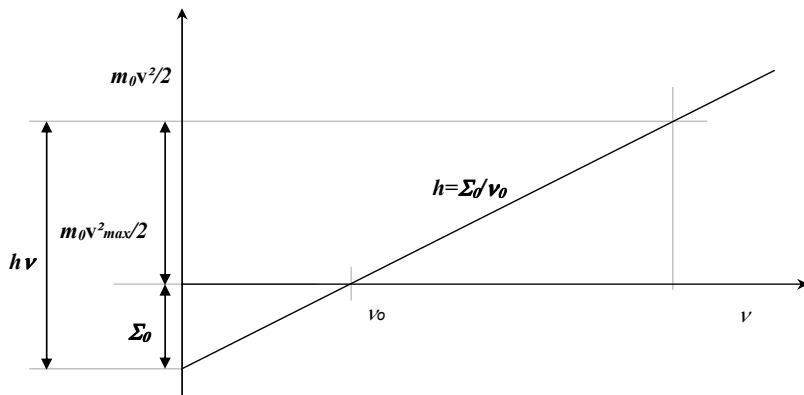


Abbildung 6.2.1 – 4 : Diagramm zur gegenseitigen Beeinflussung von charakteristischen Größen in einem photoelektrischen Effekt

Ein linearer mathematischer Zusammenhang beschreibt die physikalische photoelektrische Reaktion. Der Teil der Ordinate, dessen Länge $h\nu$ ist, ist eben die Energiemenge, die ein Elektron von einem Photon erfährt und in deren Menge auch ausreichend kinetische Energie $mv_{\max}^2/2$ enthalten ist, sodass das Elektron die Materialoberfläche erreicht und dort beim Verlassen der Materie letztendlich die Austrittsarbeit Σ_0 leistet.

Vorhersagen über das Bestehen einer Austrittsarbeit (Σ_0) sowie die Dominanz des linearen Charakters über die photoelektrische Gleichung mit einer konstanten positiven Steigung (h) wurden von Millikan bestätigt, wodurch die revolutionären Postulate, die Max Planck und Albert Einstein aufgestellt respektive genial angewendet haben, untermauert wurden.

Die Darstellung des oszillierenden Dipols, die als Werkzeug zum Erklären einer Wechselwirkung zwischen einer elektromagnetischen Welle und der Atomanordnung eines Dielektrikums [3] genutzt wird, wäre ohne die Überlegungen zur Quantelung des elektromagnetischen Feldes überhaupt nicht erklärbar und anwendbar. Dabei kann ein Atom auf eine einfallende Welle auf zwei Arten reagieren. Das hängt wiederum von der Frequenz der Welle bzw. von der Photonenenergie des elektromagnetischen Feldes ab, das ein Dielektrikum umgibt. Im Allgemeinen wird das Atom die elektromagnetische Strahlung ‚streuung‘ oder die Fortpflanzungsrichtung ändern oder auf irgendwelche Weise beeinflussen. Stimmt die Energiemenge des einzelnen Photons mit der Energie des angeregten (Quanten-) Zustands des getroffenen Atoms überein, dann wird dieses Atom die elektromagnetische Strahlung der gegebenen Frequenz ‚absorbieren‘ und einen Quantensprung zu einem höheren Energieniveau machen. Falls die Abstände zwischen den Atomen in den Molekülen des bestrahlten Dielektrikums klein sind, so ist wahrscheinlicher, dass diese Anregungsenergie durch die Zusammenstöße schnell in atomare und molekulare Bewegungswärmeenergie umgeformt wird, eher ein Photon (bezüglich des neu entstandenen Atomzustands) emittiert wird. Gerade auf diesem natürlichen Prozess, der dissipierende Absorption genannt wird, basiert die optische Erhitzung. Diese kann hervorgerufen werden, wenn man einen kohärenten elektromagnetischen Strahl aus einer Infrarot-Lichtquelle zur Materialoberfläche schickt, was einer von zwei Hauptbestandteilen in den Versuchen zu dieser Dissertationsarbeit ist (Kapitel 3).

Neben diese Atomanregung kann auch sog. Nichtresonanzstreuung auftreten. Das ist der Fall, wenn die Energie des einzelnen Quants dieses elektromagnetischen Feldes nicht der Resonanzfrequenz des Atoms entspricht, nicht der Anregungsenergie genau gleich ist. Also trifft ein Atom in seiner günstigsten Energielage in Wechselwirkung mit einem Photon zusammen. Die Energie dieses Photons ist zu gering um das getroffenen Atom zu einem höheren Quantensprung zu beeinflussen. Die Elektronenwolken der Atome des Dielektrikums, die vom elektromagnetischen Feld umgeben sind, beginnen aber ebenfalls in der Frequenz der elektromagnetischen Oszillationen zu schwingen. So um den positiven Atomkern schwingend stellen die Elektronenwolken zusammen einen oszillierenden Dipol dar, der mit der Frequenz, gleich der der einfallenden Welle, weiter strahlt. Falls sich das Atom in einem fortbestehenden elektromagnetischen Feld befindet, so streut es in der Größenordnung von 100 Millionen Photonen in einer Sekunde in alle Richtungen. Diese Photonen sorgen für neue Anregungsenergie bzw. das Oszillieren der Elektronenwolken.

Im Falle der völligen Übereinstimmung der Energie der Photonen des elektromagnetischen Feldes mit den Atomen der durch die gleiche Welle umgebenen Atomanordnung findet also die dissipierende Absorption statt und die Fortpflanzung der Strahlung ist im Dielektrikum zum Erliegen gekommen. Solch eine Substanz ist für diese elektromagnetische Welle undurchlässig und abhängig von der Energie der elektromagnetischen Welle (bzw. von deren Frequenz) ist die makroskopische Erscheinung eine Erwärmung des bestrahlten Materials. Falls die Frequenz der ankommenden Welle mit der atomaren Resonanzfrequenz überhaupt nicht oder nur teilweise übereinstimmt, dann kommt es zur Dipolschwingungen. Jedes Atom ist Quelle von neuer elektromagnetischer Strahlung, die sich durch die Matrix dieser Substanz ausbreitet. So ein Stoff ist dann für die besprochene Strahlung (völlig oder teilweise) transparent bzw. es findet eine partielle ‚Absorption‘ der elektromagnetischen Strahlen statt (diesem Mechanismus verdanken wir das Empfinden der Farben, das Beurteilen der Durchsichtigkeit eines Stoffes, überhaupt die Möglichkeit zu sehen). Sowohl für den Fall, dass sich die Oszillationen durch das Dielektrikum ausbreiten, aber auch dann, wenn sich die Wechselwirkung der Materie mit dem elektromagnetischen Feld als Wärme manifestiert, kommt es zu Schwingungen in den Atom- (und/oder Molekül-)Reihen eines festen Dielektrikums mit einer Fernordnung. Diese Gitterschwingungen werden stärker ausgeprägt, je leichter das Gitterteilchen ist und umso fester es im Gitter gebunden ist. Hier zeigt sich, wie sinnvoll das generelle Prinzip der Quantelung eines physikalischen Kraftfeldes der oszillierenden Elementarteilchen ist. 1907 hat Einstein eine Analogie zwischen dieser Erscheinung und der elektromagnetischen Strahlung hergestellt [93]. Sein Vorschlag war, die Energie dieser Oszillatoren, der Gitterteilchen, die mit einer Kreisfrequenz ω schwingen, ebenfalls als Quanten der diskreten Energiewerte von $h\omega$ zu betrachten (wobei h die Planck'sche Konstante ist). Diese Schwingungen sind eigentlich Schallwellen. Sie breiten sich mit der Schallgeschwindigkeit s aus, die für einen bestimmten Feststoff charakteristisch ist und stehen somit in Beziehung zur Kreisfrequenz und der Wellenlänge der Oszillationen als $s = \omega\lambda$. Ferner können sich durch das Kristallgitter nur die Schwingungen ausbreiten, deren Wellenlänge λ der Doppeltengitterkonstante d gleicht. Das Wesentliche an der Energiequantelung hier ist es, dass nicht alle denkbaren Wellen im Kristall möglich sind, sondern nur solche, die am Rand des Kristalls einen bestimmten Schwingungszustand haben (entweder ‚Nulldurchgang‘ oder eine maximale Elongation). Also werden die stehenden Wellen im Kristallgitter geformt, die den ‚Wärmeinhalt‘ eines Stoffes beeinflussen. So eine Gitterschwingung mit der Kreisfrequenz ω kann (als eine Schwingung des Einzelteilchens im Gitter) nur die Energie besitzen, die sich aus einem mehrfachen ganzzahligen Wert $h\omega$ ergibt.

So betrachtet ist es möglich, dass z. B. eine Lichtwelle an das Gitter ebenfalls nur ganzzahlige Mehrfache des Wertes $h\omega$ abgibt oder vom Gitter aufnimmt. Mit dem gleichen Recht wie im Falle des elektromagnetischen Feldes kann man dieses Postulat auf die Gitterschwingung anwenden und auf die Existenz von Schallquanten (im Schallwellenfeld), den Phononen, hindeuten.

Das physikalische bzw. elektromagnetische Kraftfeld ist durch alle genannten Charakteristiken einer Materieform im Entstehen, der Ausbreitung und dem Übergang seiner Energieform in eine andere oder der Wechselwirkung mit anderen Stoffen dargestellt worden. Unsere Sprache wiederum bindet uns an eine Anzahl von Wörtern [3]. Ähnlich beschränken unsere Erfahrungen in der Welt die Vorstellungen, die wir mit diesen Wörtern verknüpfen. Unsere Sinne deuten die Umgebung und darauf basiert unser Verständnis von ihr. Bei unserer scheinbar logischen Begriffsübernahme haben wir (etwas naiv) versucht, makroskopische Anschauung für die Beschreibung mikroskopischer Entitäten zu benutzen. Aber Elementarteilchen verhalten sich eben nicht wie winzige Billardkugeln, genau wie man sich das Licht nicht in Begriffen von maßstäblich verkleinerten rollenden Ozeanwellen vorstellen kann. Korpuskelen und Wellen sind makroskopische Konzepte, die ihre Relevanz verlieren, wenn wir uns dem Mikrokosmos nähern.

Eine sehr nette Überlegung diesbezüglich formulierte Luis Victor Prince de Broglie (1891-1987) in seiner Doktorarbeit, die einen Analogieschluss zwischen Materialteilchen und elektromagnetischen Wellen bringen soll: Nachdem von Arthur Holly Compton (1892-1962) der Impulsdruck p für Photonen experimentell bestätigt worden war, basierend auf der Tatsache, dass ein Photon keine Ruhemasse hat und nur bei Lichtgeschwindigkeit existieren kann

$$E = c \cdot p \Rightarrow p = \frac{E}{c} = \frac{h\nu}{c} = \frac{h}{\lambda} \quad (6.2.1 - 7),$$

war es möglich, die sonst unerklärliche Frequenzabnahme des Streulichtes, die nach der Wechselwirkung der Materie mit Photonen auftritt, zu verstehen.

Nun schlug de Broglie vor, dass alle Körper, also nicht nur subatomare Elementarteilchen, sondern auch makroskopische Korpuskeln, eine Wellennatur haben sollten.

$$\frac{h}{\lambda} = p = mv \quad (6.2.1 - 8)$$

Die Planck'sche Konstante hat einen (die Größe der makroskopischen Gegenstände berücksichtigend) recht kleinen Wert von $6,625 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$ und da der Impuls in makroskopischen Maßen enorm groß ist, haben dann solche augenscheinlich großen Objekte auch eine, aber verglichen mit deren Größenordnung, sehr kleine Wellenlänge bei ihrer Bewegung (Gl. 6.2.1–9).

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad (6.2.1 - 9)$$

Als Weiterführung dieser Gleichung de Broglies (6.2.1-9) bietet sich wiederum die Überlegung an, dass alle subatomaren elementaren Korpuskeln, aber auch größere Teilchen von ihnen, wie z. B. Kaliumatome, bei entsprechender Geschwindigkeit ebenfalls eine Wellennatur bzw. Welleneigenschaften haben und aufweisen sollten.

Dies lieferte den Anlass für weitere Experimente. Zwei amerikanische Wissenschaftler, Clinton Joseph Davisson und Lester Germer, bestätigen diese Hypothese 1927, indem sie eine Wechselwirkung zwischen einem beschleunigten Elektronenstrahl und einer Nickeloberfläche hervorriefen. Verblüffenderweise wurde an den Gittern des Nickelkristalls die Elektronenstrahlbeugung in gleicher Analogie beobachtet wie die Beugung des sichtbaren Lichts an einem optischen Reflexionsgitter.

Diese erste Elektronenbeugung geschah rein zufällig und deshalb wurde ihr keine wissenschaftliche Beachtung geschenkt. Erst in einem weiteren Versuch des britischen Wissenschaftlers Sir George Paget Thomson wurde 1928 der Elektronenbeugung und den Beugungsmustern gezielt nachgegangen, als dieser eine 100 nm dicke polykristalline Folie mit dem Elektronenstrahl bestrahlte.

Umgekehrt können wir jetzt aus der makroskopischen Welt einen benötigten Spannungsabfall ausrechnen, der ein Elektron dazu bringt, bei der Wechselwirkung mit dem Material der Anode ein Energiequant der Wellenlänge von z. B. $1,5 \text{ \AA}$ oder $0,15 \text{ nm}$ zu streuen [3]. Die Energiebilanz in einem (gerade noch) elektrostatischen Feld lautet:

$$q_e \cdot U = \frac{mv^2}{2} \quad (6.2.1 - 10)$$

Die Gleichung von de Broglie (6.2.1 – 9) nutzend, bekommen wir einen anderen Ausdruck für die Geschwindigkeit des Teilchens:

$$v = \frac{h}{m \cdot \lambda} \quad (6.2.1 - 11)$$

Die elementare Elektrizitätsmenge des Elektrons ist $q_e = 1,6206 \cdot 10^{-19} \text{ As}$, die Elektronmasse beträgt $m_e = 9,1 \cdot 10^{-31} \text{ kg}$ und die zu erzielende Wellenlänge ist eben 0,15 nm. Aus den Gleichungen (6.2.1 – 10) und (6.2.1 – 11) ist somit die benötigte Spannung:

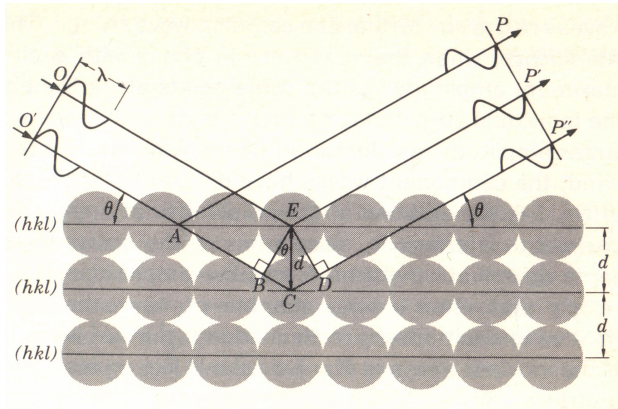
$$U = \frac{m}{2q_e} \cdot \left(\frac{h}{m \cdot \lambda} \right)^2 = \frac{h^2}{2q_e \cdot m \cdot \lambda^2} = 100 \text{ V} \quad (6.2.1 - 12)$$

Mit einem elektrischen Feld, dessen Spannung 100 V beträgt, hat ein einzelnes in dem Feld befindliches und beschleunigtes Elektron die Energie von 100 eV und das gestreute Photon eine Wellenlänge von 1,5 Å, was die typische Wellenlänge eines Röntgenphotons ist. Die Energie der einzelnen angewandten Elektronen im Versuch von Davisson und Gremer war 54 eV.

Sie beide haben das Experiment zum Beugungsgesetz am räumlichen Kristallgitter Nickels durchgeführt (Abbildung 6.2.1–5). Das Gitter des Nickelkristalls ist kristallografisch als ein kubisch-zentriertes Gitter klassifiziert mit Abständen zwischen einzelnen Atomschichten der Gitterkonstante von $d=0,215 \text{ nm}$, hier als a benannt. Bei dem doppelten Wert des Einfallswinkels θ von 50° wird ein verstärkter Beugungsreflex aufgezeichnet, nach der Formel:

$$a \sin 2\theta = n\lambda \quad (n \in \mathbb{N}) \quad (6.2.1 - 13)$$

Die physikalische Gesetzmäßigkeit zur Diffraction von elektromagnetischen Wellen oder beschleunigten Elementarteilchen, die uns hier durch den mathematischen Ausdruck (6.2.1–13) wiedergegeben wird, ist das Beugungsgesetz, postuliert 1912 auf der Universität Leeds seitens englischer Wissenschaftlern, Vater und Sohn Bragg [69].

Abbildung 6.2.1 – 5: Die Diffraction elektromagnetischer Wellen um ein materielles Gitter

Der Rechteck EBC (Abbildung 6.2.1–5) erlaubt eine trigonometrische funktionelle Verbindung zwischen der Länge EC (dem Gitterscharabstand d), dem unterschiedlichen Weg BC die zwei Wellenfronten bis zu entsprechenden materiellen Hindernis haben (die Phasenverschiebung $n\lambda$) und dem Einfallswinkel θ , der nach der Regelung über die Winkel mit den senkrechten Schenkel (Gipfel A), ebenfalls am Gipfel E sitzt.

$$\sin \theta = \frac{BC}{EC} = \frac{x \cdot \lambda}{d} \quad (6.2.1 - 14)$$

Auch nach der Emission der um die gleiche materielle Einheit gebeugten Welle tritt ein Wegunterschied CD (eine Phasenverschiebung) der Wellen auf, der gleich der einfallenden Phasenverschiebung $n\lambda$ ist. Auch dieses rechtwinklige Dreieck CDE erlaubt den trigonometrischen Ausdruck:

$$\sin \theta = \frac{CD}{EC} = \frac{y \cdot \lambda}{d} \quad (6.2.1 - 15)$$

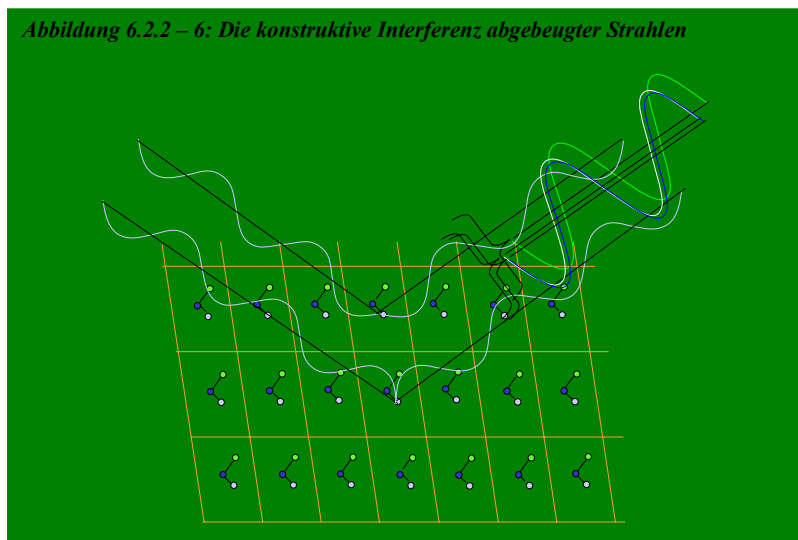
Die gesamte Änderung der Wellenlänge ist dann

$$x\lambda + y\lambda = \sin \theta \cdot d + \sin \theta \cdot d \quad (6.2.1 - 16)$$

oder

$$(x + y)\lambda = 2d \cdot \sin \theta \quad (6.2.1 - 17)$$

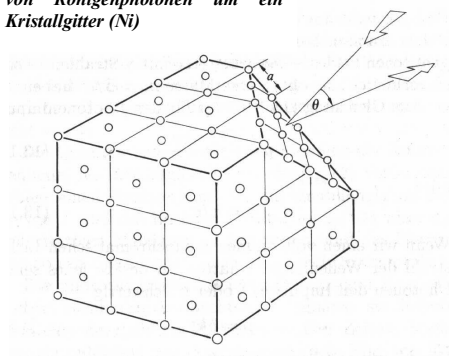
Nur im Falle, dass die gesamte Wegänderung $(x + y)$ der beiden betrachteten Wellen eine ganze Zahl n ist, findet eine solche Verschiebung der Wellenlänge λ um ein (vielfaches) Ganzes statt, d. h. eine Phasenverschiebung um ein (vielfaches) Ganzes 2π , die einer ‚positiven Überlappung‘, einer konstruktiven Interferenz (Abb. 6.2.1–6) gebeugter Wellen beibringt.



Für die erste Ordnung $n=1$ der gebeugten Wellen beträgt dann die Wellenlänge eines solchen gestreuten Teilchens:

$$\lambda = a \cdot \sin(50^\circ) = 0,1647 \text{ nm} \quad (6.2.1 - 18)$$

Abbildung 6.2.1 – 7: Die Beugung von Röntgenphotonen um ein Kristallgitter (Ni)



Dieser Wert belegt nochmals die Gültigkeit der Hypothese von de Broglie, da die Wellenlänge aus der Gleichung (6.2.1–9) berechnet 0,167 nm beträgt und somit einen Fehler von nur 1,12 % im Vergleich mit den Experimentalwerten aufweist. Dies untermauerte den Vorschlag von de Broglie und animierten zu einigen weiteren Überlegungen.

Die Ausnutzung der simultanen Existenz der Korpuskel- und Wellennatur von Elementarteilchen kann zur ‚Beobachtung‘ von Materienstruktur dienen und zwar der Materie, die mit einer geregelten Fernordnung ihrer Struktur im festen Aggregatzustand unter normalem oder mit vertretbarem technischen Aufwand erstellten Bedingungen vorliegt.



Abbildung 6.2.1 – 8 Die konstruktive Interferenz von elektromagnetischen Wellen, deren Frequenz im Spektrumteil des (uns) sichtbaren Lichtes angesiedelt ist. Nach der Beugung an dem zweidimensionalen optischen Gitter ist nach der Fotografiesprache ein ‚Negativbild‘ entstanden. Man beachte, dass anstelle von Löchern in der Materialmatrix des Originalsiebes (links) nun in dem Reziprosieieb die Festenmaterialpunkte im freien Raum (rechts) schweben würden (... die Kaffeemaschine, durch deren Funktion viele schlaflose Stunden dem Autor zum Verfassen dieser Arbeit erst möglich gemacht wurden).

So entwickelte sich eine der aussagekräftigsten Methoden in der wissenschaftlichen Analytik. Elektromagnetische Strahlen anwendend, deren Wellenlänge in der Größe der zwischenatomaren und der zwischenmolekularen Abstände liegt, etablierte sich in der modernen Forschung die Röntgenstrukturanalyse. Diesem Verfahren und seinen Hauptmerkmalen wird als Bestandteil der angewendeten zerstörungsfreien Untersuchungsmethoden in dieser Dissertation angemessene Beachtung geschenkt (Kapitel 2.2).

7. Referenzen

- [1] R. Boese, M. Muhasilovic, *German Patent No. DE 103 22 271 A1 "Simultaneous Application of the X-ray Diffraction and Optical Heating - A New Methode for Non-Destructive Testing of Solid Heat-Resistable Materials"*, Germany, **2003**.
- [2] R. B. Leighton, R. P. Feynman, M. Sands, *The Feynman Lectures on Physics*, Vol. I, *"Mainly Mechanics, Radiation and Heat"*, Vol. I, first ed., Addison-Wesley Publishing Company, Reading, Massachusetts, **1963**.
- [3] E. Hecht, *Optics*, Addison Wesley Publishing Company Inc. **1974**.
- [4] 15th World Conference on Non-Destructive Testing, Rome **2000**.
- [5] Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung, Berlin, **2002**.
- [6] Jahrestagung der Deutschen Gesellschaft für Zerstörungsfreie Prüfung, Berlin **2001**.
- [7] H. Vallen, *Schallemissionsprüfung: Grundlagen - Gerätetechnik – Anwendungen*, DGZfP - Jahrestagung 2001, Berlin, **2001**.
- [8] U. Netzelmann, S. Hirsekorn, W. Arnold, *Detektion und Bewertung von Schädigungen in Stahl mit Ultraschall*, DGZfP - Jahrestagung 2001, Berlin, **2001**.
- [9] F. Hüßls, G.-J. Deppe, M. Sauerland, H. Schneider, *Laser-Ultraschall-Wanddicke-messungen an heißen Rohren in einem Walzwerk*, DGZfP - Jahrestagung 2001, Berlin, **2001**.
- [10] F. Berger, B. Köhler, *Die Aufnahme von Riss-Ultraschallanzeigen bei zyklischer Belastung*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin **2001**.
- [11] S. Amelio, U. Rabe, S. Hirsekorn, W. Arnold, *Hochauflösende Abbildung von Oberflächensteifigkeit mittels Ultraschall-Kraftmikroskopie*, DGZfP Jahrestagung, Berlin **2001**.

- [12] G. Zappavigna, F. Betti, C. Pedrinzani, *Accuracy Capability of TOFD-Technique in Ultrasonic Examination of Welds*, 15th World Conference on Non-Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [13] P. Dukic, I. Dukic, *Advantages and Limitations of TOFD-Technique in Casting Inspection*, 15th World Conference on Non-Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [14] F. H. Dijkstra, S. J. de Geus, T. Bouma, *Advances in TOFD Inspection*, 15th World Conference on Non-Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [15] V. G. Khanzhin, S.A. Nikulin, A.B. Rojnov, *Application of Acoustic Emission Method for Materials, Processes and Technologies Monitoring*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [16] S. Matheney, W. Roye, *Die Ultraschallprüfung von Schweissverbindungen im Automobilbau*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [17] B. Rockstroh F. Walte, W. Kappes, S. Bessert, J. Montnacher, G. Herbold, R. Dath, *Ultraschallprüfeinrichtung für die Fertigungsprüfung von Eisenbahnradern*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [18] M. N. Podlevskih, V. M. Belov, *Modern Acoustic Emission Monitoring Systems*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [19] G. Schmitz, U. Schlengermann, *Ultraschallprüfung von Eisenbahnmaterial*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [20] L. Pazdera, *Wigner Spectrum as Powerful Tool for Description of Acoustic Emission Hit Generated from Ceramic Structures upon Bend Load*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [21] L. Zhenquing, *Lamb Wave analysis of Acoustic-Ultrasonic Signals in Plate*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.

- [22] J.-M. Redercher J. Staudt, W. Hansen, J. Klein, U. B. Sauer, *Neue US-Prüfanlage zur HIC- und Rheinheits-Prüfung*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [23] J. Frangen, *Turbulenzsensor zur Riss- und Porendetektion - Ein neues Prüfverfahren*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [24] G. Busse, A. Dillenz, *Ultraschall Burst - Phasen - Thermographie*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, Germany, **2001**.
- [25] T. Hauser, H. Wüstenberg, R. Boehm, H. Hintze, E. Fischer, *Neue Ansätze zur Ultraschallprüfung von Eisenbahnachsen mit Array - Prüfkopfen*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [26] N. Krohn, R. Stöbel, G. Busse, *Luftultraschalluntersuchungen an nichtmetallischen Werkstoffen*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [27] G. Busse, N. Krohn, *Nichtlineare Vibrometrie zur Schadenscharakterisierung*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [28] V. Crupi, A. L. Audenino, E. M. Zanetti, *Rilievo degli Effetti termoelastico e elastoplastico mediante termocamera ordinaria*, The 30th Convegno Nazionale AIAS, Aleghero, **2001**.
- [29] J. P. Rakotoniaina, O. Breitenstein, A.S.H. van der Heide, *Universitätsberichte Halle, Petten*, **2003**.
- [30] G. Busse, A. Dillenz, *University Report*, **2003**.
- [31] J. P. Panakkal, *Longitudinal Ultrasonic Velocity as a Predictor of Material Properties of porous Materials*, The 14th World Conference on NDT, New Delhi, **1996**.
- [32] A. G. Every, J. D. Comins, W. Pang, P.R. Stoddart, *Surface Brillouin Scattering as a Tool for NDT & E*, The 14th World Conference on NDT, New Delhi, **1996**.

- [33] A. J. U. Schrärer, P. Wachter, *Brillouin spectroscopy with surface acoustic waves on intermediate valent, doped SmS*, *Physica B*, **1998**. Vol. 244. p. 148.
- [34] H.-A. Crostack, R. Zilke, *Erprobung magnetoptischer Sensoren für die Wirbelstromprüfung*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [35] S.-Y. Kim, J.-S. Bae, *Hot Wire Inspection Using Eddy Current*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [36] A. Georgiou, V. I. N. Leopoulos, *Eddy Current Application for Non Destructive Test in Light Metal Industry*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [37] L. v. Bernus, U. Maisl, R. Frauendorfer, M. Kopp, I. Altpeter, *Zerstörungsfreies Prüfverfahren zur Schnellen, Sicherem und wirtschaftlichen Bestimmung von Werkstoffeigenschaften in Seriengussbauteilen*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [38] K. L. Feiste, W. Weber, W. Reimche, W. Bach, *Fernfeld-Wirbelstromprüfsystem zur Fehlerprüfung von dickwandigen austenitischen Rohrleitungskomponenten*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [39] F. Neumann, R. Becker, *Phasen-Sensitives-Magnetfeld-Analyse-Verfahren (PSMA) zur Detektion von Leckagen in erdverlegten Fernwärmerohren*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [40] G. Mook, *Zerstörungsfreie Charakterisierung von carbonfaserverstärkten Kompositen mit Hilfe des Wirbelstromverfahrens*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [41] C. E. Gonzalez, *Electromagnetic Device for Recovery of Electric Conductivity Profile in Layered Flat and Tubular Products*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.

- [42] M. Fischer, *Elektromagnetische Felder bei der Magnetspulver- und Wirbelstromprüfung - Gefährdungspotential und notwendige Maßnahmen nach der neuen UVV BGV B11 "Elektromagnetische Felder"*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [43] K. Koyama, H. Hoshikawa, H. Karasawa, *A Novel Eddy Current Probe with Phase Information on Surface Flaw Depth*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [44] H. M. O'Connor, *Displaying Complex (Eddy Current) Data Utilizing Colour-Coded Signals*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [45] M. Junger, T. Güttinger, D. Rohmann, *Anforderungen an automatisierte Wirbelstrom-Prüfsysteme bei der Wartungsprüfung von Sicherheitsteilen - Ein Spagat zwischen Wunsch und Wirklichkeit*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [46] H. Hoshikawa, K. Koyohama, N. Taniyama, *Investigation of Eddy Current Testing of Weld Zone by Uniform Eddy Current Probe*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [47] T. Stepinski, *Essenzial Variables in ET*, 15th World Conference on Non Destructive Testing, Rome, **2000**.
- [48] J. Nehring, D. Sievers, M. Maaß, *Automatische Rissprüfung zylindrischer Sicherheitskomponenten: Gegenüberstellung unterschiedlicher Lösungskonzepte auf der Basis der Wirbelstromtechnik*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [49] H.-M. Thomas, R. Pohl, *Bewertung von Oberflächenschädigungen an Schienen mittels Wirbelstromverfahren*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [50] J. Plöger, H. K. Tönshoff, T. Friemuth, *Ortsaufgelöste Eigenspannungsmessung mit Hilfe einer Röntgen - CCD - Kamera*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [51] U. Heike, K. Bavendick, *Prüfkörper für die automatischen Überprüfung der Bildqualität und der Messung der Erkennungssicherheit bei ADR Systemen*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.

- [52] A. D. Naik, V. N. P. Marg, T. K. Jayakumar, *Com-Scan Techniques for Material Evaluation*, The 14th World Conference on NDT, New Delhi, **1996**.
- [53] B. Frühauf, G. Maier, H.-J. Jakobi, *Röntgencomputerthomographie im Automobilbau - Neue Wege zur 3D-Visualisierung und Dimensionsmessung*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, Germany, **2001**.
- [54] H.-J. Malitte, J. Beckmann, U. Ewert, *Einsatz eines mobilen Speicherfoliensystems zur Untersuchung kampfstoffverdächtiger Granaten*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [55] U. Ewert, Y. Onel, *Präzise Wanddickenmessung an "In-liner" - Röntgenleitungen mit Hilfe der Projektionsradiographie*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [56] C. Sauerwein, M. Simon, I. Tiseanu, S. Burdairon, *Flexible 3D-Computertomographie mit RayScan 200*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [57] A. Warrikhoff, B. Redmer, U. Ewert, *Miniatur-Röntgenröhre für die Mobile Rohrprüfung*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [58] T. Kahrs, G. Theis, *Vollautomatische Inline-Röntgenprüfung von Aluminiumrädern*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2001**.
- [59] O. Alekseychuk, U. Zscherpel, C. Bellon, U. Ewert, P. Rost, M. Schmid, *Korrosionsmapping an Rohrleitungen*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [60] S. Olesinski, W. Niemann, T. Thiele, G. Martens, I.-C. Carlsen, *Kampfmittelerkennung mit der Röntgenrückstrahltechnik*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [61] M. Simon, C. Sauerwein, I. Pfeifer-Schäller, S. Tomaschko, F. Klein, *Anwendungen der 3D-Computertomographie in Entwicklung und Forschung*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [62] G. Reiß, Dissertation, Universität Paderborn, Paderborn, **2000**.
- [63] W. C. Röntgen, *Ueber eine neue Art von Strahlen*, Verlag der Stahel'schen k. Hof- u. Univers.-Buch u. Kunsthändler, **1895**.

- [64] R. Boese, *Chemie in unserer Zeit, Kann man die chemische Bindungen sehen?*, **1989**.
Vol. 23, p. 77.
- [65] U. Zscherpel, U. Ewert, M. Horky, J. Kennedy, M. Hutchinson, *Ein Neues PC-basiertes Konzept zur Beurteilung moderner digitaler Röntgendetektoren mit Referenzbildern*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [66] K.-W. Harbrich, M. P. Henschel, A. Lange, J. Schors, B. Müller, *Röntgen-Topographie mit Klein- und Weitwinkelstreuung*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [67] M. P. Hentschel, B. R. Müller, A. Lange, *SYRTOPO: Materialcharakterisierung an der BAMline*, DGZfP - Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [68] M.P. Henschel, K.-W. Harbrich, H. Ibers, H.-V. Rudolph, V. Trappe, U. Niebergall, *Mikroriss-Charakterisierung mittels Röntgen-Refraktions-Topographie*, DGZfP Jahrestagung, Berlin, **2002**.
- [69] L. V. Azároff, *Elements of X-Ray Crystallography*, Vol. 1, first ed., McGraw - Hill Book Company, New York, St. Louis, San Francisco, Toronto, London, Sydney, **1968**.
- [70] R. Boese, Vorlesungsskriptum, *X-Ray Diffraction*, Essen, **2001 - 2004**.
- [71] S. Haussühl, *Kristallstrukturbestimmung*, Vol. 2, first ed., Physik Verlag GmbH, Verlag Chemie, Weinheim, **1979**.
- [72] <http://www.xraydiffrac.com>
- [73] F. Frey, G. Brunauer, H. Boysen, T. Hansen, W. Kriven, *High temperature crystal structure of a 3:2 mullite from neutron diffraction data*, *Zeitschrift für Kristallographie*, **2001**. Vol. 216, p. 284.
- [74] S. Lyon, *Material Science: A natural solution to corrosion?*, *Nature*, **2004**. Vol. 427, p. 406.
- [75] H. Tracy, H. John, D. Barnett, *US. Pat. No. 3,249,753: Ultrahigh Pressure, High Temperature X-Ray Diffraction Apparatus*, USA, **1966**.

- [76] J. Brynda, *Proteinový Difraktometr - Merení Rotací Metodu*, University Report, Prag, **2003**.
- [77] E. A. Payzant, H.W. King, *XRD Techniques and Instrumentation*, University Report.
- [78] E. A. Payzant, W. S. Harrison, University Report, Oak Ridge, Tennessee, USA.
- [79] E. A. Payzant, H.W. Ring, T.A. Caughlin, University Report, Oak Ridge, Tennessee, USA, **2003**.
- [80] E. A. Payzant, H. Wang, University Report, Oak Ridge, Tennessee USA.
- [81] D. Rafaja, R. Kusel, University Report, Prague, **2003**.
- [82] S. Rühl, Dissertation, J. W. v. Goethe Universität, Frankfurt, **2002**.
- [83] H.W. King, E. A. Payzant, University Report, London, Western Ontario, Canada.
- [84] *General Area Detection Diffraction System, 4.0*, Bruker AXS, **1998 - 1999**.
- [85] *EVA Evaluation Software, 4.0*, Bruker, **1998**.
- [86] J. Eichler, H. J. Eichler, *LASER*, Vol. 1, third ed., Springer Verlag, Berlin, Heidelberg New York, **1998**.
- [87] <http://www.bell-labs.com>
- [88] E. Keller, *Röntgenstrukturanalyse von Molekülen, Chemie in unserer Zeit*, **1982**. Vol. 1, p. 71.
- [89] E. Keller, *Röntgenstrukturanalyse von Molekülen, Chemie in unserer Zeit*, **1982**. Vol. 2, p. 116.
- [90] M. Peyard, M. Terraneo, G. Casati, *Controlling the Energyflow in Nonlinear Lattices: A Model for a Thermal Rectifier*, *Physical Review Letters - American Physical Society*, **2002**. Vol. 88, p. 4.
- [91] S. Lepri, R. Livi, *Heat in one dimension*, *Nature*, **2003**. Vol. 421, p. 2.
- [92] K. Kaneko, N. Nagakawa, *Dynamical mechanism for the conversion of energy at a molecular scale*, *Physical Review*, **2003**. Vol. 67, p. 4.

- [93] H. Vogel, C. Gertsen, H. O. Kneser, *Physik*, Vol. 1, fourteenth ed., Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, Tokyo, **1982**.
- [94] U. Radtke, H. Petry, B. Schmittz, *DE 40 15 893 A1 "Vorrichtung zur berührungslosen und zerstörungslosen Untersuchung der inneren und/oder äußeren Struktur absorptionsfähiger Prüflinge"*, Germany, **1991**.
- [95] G. Busse, *DE 3034944 C2 "Verfahren und Einrichtung zur photothermischen Struktur-Untersuchung fester Körper"*, Germany, **1980**.
- [96] H. K. Wickramasinghe, D.R. Petts, *Photothermal Spectroscopy on a Microscopic Scale*, Ultrasonic Symposium, **1981**.
- [97] E. Windschuh, *DE 38 13 258 A1 "Verfahren zur berührungslosen und zerstörungsfreien Prüfung von absorbtionsfähigen Materialien und Vorrichtung zu seiner Durchführung"*, Germany, **1988**.
- [98] T. Takahashi, H. Takeuchi, M. Noguchi, *United States Patent No. 4,417,149 "Apparatus for detecting and measuring defects"*, USA, **1983**.
- [99] C. Hippler, T. Felkel, J. Benet-Buchholz, Persönliche Mitteilung, *GADDs*, Leverkusen, **2002, 2003**.
- [100] *General Area Detection Diffraction System*, Bruker AXS, **1997**.
- [101] M. Nussbaumer, Dissertation, Universität Essen, Essen, **1996**.
- [102] www.ohcd-system.com
- [103] M. Nussbaumer, R. Boese, *In situ Crystallization Techniques*, Correlations, Transformations and Interactions in Organic Chmistry, Oxford, UK, **1994**.
- [104] U. Steinecke, *CO2 Laser*, Persönliche Mitteilung, München, **2002 - 2004**.
- [105] G. H. Frischat, M. Weisz, *Texturen in Glaskeramiken aus dem Dreistoffsystem Li2O Al2O3 SiO2*, Universitätsbericht, Institut für Nichtmetallische Stoffe, Clausthal, **2001**.
- [106] W. Draeger, R. Rühle, *Mechanische Belastbarkeit von Langstabilisatoren mit Portlandzementkittung*, *Elektrizitätswirtschaft*, **1995**. Vol. 94, p. 1360.

- [107] W. Draeger, *Keramische Isolatoren für Freiluftisolatoren, ETZ-A*, **1970**. Vol. 91, p. 489.
- [108] C. Schoedon, *Longitudinal tension of insulator*, Persönliche Mitteilung, Essen, **2002**.
- [109] <http://www.frm2.tu-muenchen.de/kfn/strategie/node59.html>
- [110] O. W. Flörke, A. Nukui, S. Mura, *Structural Defects in Tridymite*, *Neues Jahrbuch Mineralogie*, **1988**. Vol. 158
- [111] S. Prochazka, F. J. Klug, R. H. Doremus, *Alumina-Silica Phase Diagram in the Mullite Region*, *Journal of American Ceramical Society*, **1987**. Vol. 70, p. 750.
- [112] F. Frey, G. Brunauer, H. Boysen, H. Schneider, *High temperature thermal expansion of mullite: an in situ neutron diffraction study up to the 1600°C*, *Journal of European Ceramical Society*, **2001**. Vol. 21, p. 2563.
- [113] M. Schmücker, Habilitation, Universität Clausthal, Clausthal, **2003**.
- [114] F. Frey, G. Brunauer, H. Boysen, H. Schneider, P. Fischer, Th. Hansen, D. Többens, H. Ehrenberg, *Neutron-diffraction study up to 1600°C of 3:2 mullite*, *Applied Physics - Materials, Science & Processing*, **2002**. Vol. 74, p. 986.
- [115] N. Otsuka, K. Okada, *Change in Chemical Composition of Mullite Formed from 2SiO₂ 3Al₂O₃ Xerogel During the Formation Process*, *Journal of American Ceramical Society*, **1987**. Vol. 70, p.245.
- [116] K. Tinten Sokolowski, W. Shymunowich, Persönliche Mitteilung, *The patterns from high X-Ray diffractiometry due to the changing the position of the surfacial heat source*, Essen, **2003/2004**.
- [117] E. Gerster, *X-ray motion picture*, *Materials update*, **2003**.
- [118] R. Boese, M. Muhasilovic, *An Aproach to Nondestructive Investigation of The Structure of Heat-resistant, Solid-state Materials by Simultaneous Application of X-ray Diffractometry And Optical Heating*, *CINDE Journal*, **2004**. Vol. 25, p. 27.

- [119] C. Blome, K. Tinten Sokolowski, J. Blums, A. Cavalleri, C. Dietrich, A. Tarasevitch, I. Uschmann, E. Förster, M. Kammler, M. Horn von Hoegen, D. von der Linde, *Femtosecond X-ray measurement of coherent lattice vibrations near the Lindemann stability limit*, *Nature*, **2003**. Vol. 422, p. 287.
- [120] E. Mazur, S. K. Sundaram, *Inducing and Probing non-thermal transitions in semiconductors using femtosecond laser pulses*, *Nature*, **2002**. Vol. 1, p. 217.
- [121] W. Massa, *Kristallstrukturbestimmung*, Vol. 1, second ed., B. G. Teubner, Stuttgart, Marburg, **1996**.
- [122] A. Turner, L. Sawyer, *X-Ray Analysis*, Vol. 1, first ed., Oxford University Press, Oxford, New York, Tokyo, **1992**.
- [123] K. A. Semendjajew, I. N. Bronstein, *Taschenbuch der Mathematik*, Nineteenth Ed., B.G. Teubner Verlag, Hari Deutsch Verlag, Nauka Verlag, Stuttgart, Frankfurt, Thun, Moskau, **1980**.
- [124] "MSC" Mc Neal - Schwendler Software Material Behaviour Simulations, 5.0, J. Stolpmann, **2003**.
- [125] J. Eichler, H. – J. Eichler, *LASER*, Vol. 1, third ed., Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, **1998**.
- [126] B.O.A.C. Report on "Comet" G-ALYZ, *Accident at Ciampino Airport Rome, Italy, 26 October 1952*, ICAO, Rom, **1952**.
- [127] R. Keith, *Report on "Comet 1A", CF-CUN. Accident at Karachi, Pakistan, 3rd March 1953*, **1972**.

- [128] W. S. Farren, W. S. Cohen, W.J. Duncan, A.H. Wheeler, *Report of a Public Inquiry into the causes and circumstances of the accident which occurred both on the 8th of April 1954 to the "Comet" aircraft G-ALYY*, in Air Safety Board (Ministry of Transport and Civil Aviation), Air Registration Board, Royal Aircraft Establishment, Vol. 1, The Ministry of Transport and Civil Aviation of the United Kingdom, London, **1955**.
- [129] F. Porsche, *Cayenne, der 3. Porsche*, PORSCHE AG, Stuttgart, **1989 - 2002**.
- [130] L. Sprague de Camp, *The Acient Engineers*, Ballantines Books, Toronto, Boston New York, **1960 - 1974**.
- [131] R. E. Hummel, *Understanding Material Science - History, Properties, Applications*, zitiert nach [130].
- [132] W. S. Farren ,W. S. Cohen, W. J. Duncan, A. H. Wheeler, *Report of a Public Inquiry into the causes and circumstances of the accident which occurred both on the 10th of January 1954 to the "Comet" aircraft G-ALYP*, in The Civil Aviation Act, The Civil Aviation Regulations, Vol. 1, The Ministry of Transport and Civil Aviation of the United Kingdom, London, **1955**.
- [133] D. Reimers, *Research & Developement in Airbus-Company*, Hamburg, **2004**.
- [134] *European Aerospace Industries - Facts and Figures 2002*, European Association of Aerospace Industries, **2003**.
- [135] W. Büttner, *GADDS*, Persönliche Mitteilung, **2004**.
- [137] J. Schummer, *Einführung in die Geschichte und Philosophie der Physik*, Vorlesungsskriptum, Karlsruhe, **1999**.
- [138] G. N. Lewis, *Photon*, Nature, **1926**.

*.... Tu se vere, tu se pada,
svaka skala, jedna nada – Skalinada®...*

*(...Da klettern manche, da stolpern einige,
jede Stufe, eine Hoffnung – Skalinada®...)*

Zdenko Runjić, Komponist und Dichter von Dalmatinischer Küste

8. Curriculum Vitae

PERSONAL DETAILS:

Surname: Muhasilović
 Firstname: Medžid

 Date of birth: 25.01.1972.

 Family status: single

 Nationality: German, Bosnian

 Mailing address: Helenenstr. 54, 45143 Essen, GERMANY

 Fax & e-mail: ++49-201/640-210 muhasilovic@gmx.net

 Bank: Deutsche Bank, Acc. No. 1978709, Clearing No. 36070050

EDUCATION (School):

09/ 1978 – 06/1990 Primary school “Slobodan Vukovic” and Highschool “Ognjen Prica”, in Sarajevo (Matura) (Average Score “excellent” 1,0)

EDUCATION (University):

10/1990 – 02/1993 Energy engineering, mechanical engineering and automotive engineering, University of Sarajevo, in Sarajevo (interrupted because of War)
 03/1993 – 05/1998 Energy engineering, University of Essen, in Essen – gained German academic title “Diplom-Ingenieur” (Average score / final mark 1,76)

RESEARCH EXPERIENCE:

06/1998 – 12/1999 Research assistant, Department for Energy Engineering, University of Essen, in Essen
 Head: Univ. Prof. Dr. - Ing. Fritz Steimle

 08/1998 – 05/1999 Guest-research-assistant at the Department for Energy Technology an the ETH-Zürich, *computational simulations of laminar and turbulent combustion*, in Zürich
 Head: Prof. Dr. Rustem Simitovic

 01/2000 – 11/2001 Research assistant, Department for Physical Chemistry, University of Essen, in Essen
 Head: Prof. Dr. rer. nat. H. W. Siesler

 10/2002 – 05/2003 Research assistant at BAYER AG, in Leverkusen
 The Main Scientific Laboratory, Structure Analysis
 Head: Dr. Jordi Benet-Bucholz

POSTGRADUATE STUDIES:

12/2001 – 04/2004	Completing of the Ph.D. studies at Institute for Inorganic Chemistry, in Essen Department for Structural Chemistry, University of Essen, Head: Prof. Dr. rer. nat. R. Boese
-------------------	--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

GRANTS, REWARDS AND SCHOLARSHIPS:

10/1993 – 05/1998	O.S.I. – George Soros Fund, New York, U.S.A.
10/1997 – 05/1998	„Support for Outstanding Students“ University of Essen
10/1994 – 05/1998	Rheinstahl – Foundation, Thyssen AG, Essen, Germany
05/1998	HANIEL-Foundation Duisburg, Germany
01/1997 – 09/2000	Stifterverband für die Deutsche Wissenschaft, Essen
10/2000- 12/2000	Pinguin Foundation – Henkel KGaA, Dusseldorf
10/2001 – 09/2002	Degussa-Hermann-Schlosser-Foundation, Frankfurt
03/2000 - 07/2004	M.A.N.- Foundation, Munich, Germany
03/2003 – 09/2003	Friedrich Flick Foundation, Dusseldorf, Germany
12/2003	“Rotary Club” Award

CONFERENCES (Prepared and Attended):

September 4. - 7. 2000	German Rubber Confrence, Nürnberg, Germany. Thesis: FT-IR exploring of Stress Phenomena in Block-Co-Polymer PDMS/PC
May 19. - 24. 2003	ACHEMA, Frankfurt/M, Germany Poster: Non Destructive Testing of Material by Simultaneous Application of Laser heating and X-Ray Diffraction
June 30. – July 4. 2003	International Rubber Conference, Nürnberg, Germany Poster: Decomposing of the Poly(Dimethyl)Siloxane-Polycarbonate Block-Copolymere
August 4. – 8. 2003	The 52 nd Annual Denver X-Ray Conference, Denver, USA Poster: Non Destructive Testing of heatresistable Material by Simultaneous Applcation of IR-Laser and X-Ray Diffraction

- October 6.- 8. 2003 "NDT in PROGRESS" The International Meeting of NDT Experts, Prague, Czech Republic
Thesis: Using the disturbance of heat transfer due to impurities in a mullite-christoballite-glasphase-ceramics for non-destructive testing, simultaneously applying the high temperature x-ray diffractometry (HT-XRD)
- October 9. –10. 2003 GDCh, Annual Meeting of German Chemical Society 2003 Munich, Germany
Thesis: Using the disturbance of heat transfer due to impurities in a mullite-christoballite-glasphase-ceramics for non-destructive testing, simultaneously applying the high temperature x-ray diffractometry (HT-XRD)

RELEVANT PUBLICATIONS:

- 05/2003 "Instrumentation for non-destructive testing of material, simultaneously applying Laser-heating and X-Ray diffractometry" (German Patent No. DE 103 22 271 A1)
- 05/2004 An approach to non-destructive investigation of structure of heat-resistant, solid-state materials by simultaneous application of X-ray diffractometry and optical heating (Journal of Canadian Institute for NDE)

SOCIAL ACTIVITIES:

- 10/1999 Guest-Lecturer to the *Rotary Club*, Essen, by the appointment of the Dr. Edmund Meyer-Schwickerath
- 12/2003 Guest-Lecturer to the *Rotary Club*, Arnsberg, by the appointment of the Mr. Neuhaus, the Club-President

Dipl.-Ing. Medzid Muhasilovic